DOSSIER ANALYTIQUE : 178/07-1 Prélèvement n°995474 du 20/07/2006 UCI

TDF 2006 : 17^{ème} étape à Morzine

T/E = 11.4

LIST OF CONTENT

ECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-22
Carabana Carabana	1
ummary of analyses	3
aternal chain of custody of sample A and sample A related aliquots	18
lentification of sample n°995474	20
ocumentation of receipt of intact samples	22
nalytical deviation	22
ECTION 2 : TECHNICAL PART	pages 23-173
	23-30
.1. Immunological screening	23-30
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis	30
Screening data	30
- Sample A995474	30
	31-64
.2. Natural hormone screening	
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis	31 46
Screening data	
- Negative aliquot	46
- Sample A995474	49
- Positive aliquot	55
Data on instrument performances	58
Result form	63
2.3. Second analysis for confirmation of T/E ratio (aliquot with hydrolysis)	65-92
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	65
Confirmation data	81
- Negative aliquot	81
- Sample A995474	82
- Positive aliquot	. 85
Data on instrument performances	88
Result form	92
2.4. Confirmation analysis by GC/C/IRMS	93-175
List of confirmation analyses, method and preparative form	93
2.4.1. GC/MS analysis	113
Description of GC/MS analysis	113
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction	119
Data on instrument performances	135
Result form	138
2.4.2. Isotopic ratio analysis	142
Description of GC/C/IRMS analysis	142
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction	n 145
Data on instrument performances	163
Result form	174
SECTION 3 : Certificate of analysis n°28423	pages 176-1'
ANNEXES	pages 178-20

LNDD		STREMENT	Version: Date:	J 09/06/2006
	FICHE RECAPITUL	ATIVE DES ANALYSES	PRESENTEES	
N° de laboratoire : Produit(s) confirmé(s pH mesuré en conf		Densité a	chantillon : offichée en conf : éfractomètre n° : Densité corrigée :	1.025 1.025
Essai n°: Mode opératoire de pre Mode opératoire d'anal CG/SM (SCAN)		EC M-EX- M-AN- CG/SM2	Version :	
CL/SM IMM	CL/SM2 EPO	CL/SM3 CG/C/IRMS] CL/UV [] Cytométrie [
Essai n°: Mode opératoire de pro Mode opératoire d'ana CL/SM (SIM) Concentration estim * Concentration corrig	CG/SM (SIM) CL/SM2 CE CE CE CE CE CE CE C	EC 94D M-EX-OUB M-AN-27 CL/SM3 Testo: 61 lings	Version : [Version : [CG/SM (SCAN) [CL/UV [M Ep. 5.2	
Essai n°: Mode opératoire de pr Mode opératoire d'ana CG/TSD Concentration mesur * Seuil corrigé:	éparation : lyse : CG/SM (SIM) rée:		Version : Version : CG/SM (SCAN)	IMM [
ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM) ES04 -H (CG/SM) ES03C -LCH (CL/SM) Code opérateur de l'ar	ES03 ES03 ES03 ES04 All yste: \8 /29	ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS BB -LCH (CL/SM/SM) 05 -MS2 (CG/SM/SM) Code opérateur du r		ES06 - IMM [ES07 -EPO [ESS01 - HBOCs[ESS02 - TS [
Hors portée d'accrédit	E			10 (E)

LNDD	ENREGIS	STREMENT	Code: Version:	E-RECAP-01 J 09/06/2006
	CHE DECARITIN	Date : E RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEE.		
F)		ECHANTILLON	3 PRESENTEES	
NO de laborata inc			èchantillon :	995474
N° de laboratoire :	40/871			
Produit(s) confirmé(s)				
pH mesuré en conf:	حربات		é affichée en conf : Réfractomètre n° :	1,025
			Densité corrigée :	1,0112
	COMPA	PATITATION QUALITATI		
	CONFIR	Desirable to St. Control of the Cont		
Essain°:	L	EC 31	Version :	С
Mode opératoire de prép		M-EX- &4		
Mode opératoire d'analy		M-AN- 52 41	Version	W.18
CG/SM (SCAN)	∠ CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3	
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV	
IMM [EPO [CG/C/IRMS	✓ Cytométrie	
	CONFIRMA	<u>ninko) kezirinako) aizan h</u> i	TANGANG	
Essai n°:		EC		
Mode opératoire de prép	paration:	M-EX-	Version	:
Mode opératoire d'analy	/se:	M-AN-	Version	:
	CG/SM (SIM)		CG/SM (SCAN)	
CL/SM (SIM)	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV	
Concentration estimé	e:			
* Concentration corrigé	e:	the second second		
		MATRON OUANIMIE	MOUNTE AND THE PERSON	
Essai n°:				
Mode opératoire de pré	paration:		Version	:
Mode opératoire d'analy		M-AN-	Version	:
CG/TSD	CG/SM (SIM)		CG/SM (SCAN)	IMM
Concentration mesuré				
* Seuil corrigé :				
Seuli corrige :		DEMISTRACTION APPENDE		
ES02 -BBS (CG-SM)		ES08 -HES (CG/SM)	A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH	ES06 - IMM
		ES08B -PS	_	ES07 -EP0
ES02C -EPH (CG/SM)		=	=	ESS01 - HBOCs
ES03 -CD (CL/SM)		BB -LCH (CL/SM/SM)		
ES04 -H (CG/SM)	ESC)5 -MS2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS
ES03C -LCH (CL/SM)			•.	
Code opérateur de l'ana	lyste: ५٩	Code opérateur du	responsable:	0
Date et paraphe : 14	01/06	Date et paraphe :	11/02/06	
May		g	4/07/06	Lough
Hors portée d'accreditat				
Raison ou numéro d'éca		have nortée :		

Codification : E-Fiche Labo-01 ENREGISTREMENT LNDD Version : Q FIGHE DE SUIVI ANALYTIQUE DE RESULTAT Date: 18/05/2006 ET DE DESTRUCTION DES ECHANTILLEONS Page : 1 / 2 Materiel: Berlinger Nore 3 Numéro Labo: 178/07 Médecin BORDABERRO Sport Cyclisme (UOI) Epreuve (F.L) SEDE 2006 e apen 17 de Morzine Recept Doc. Récept° Ech. : Date(s) de Prél: 20/07/2006 Date MT HES: Date de mise en rube : 2 6165 Date MT EPO: Observation Délai 48H EPO/HES Reclamat No. Ecarts: EA no: Operateur 992573 992579 195774)xe: Operateur Filtrat (F) volume 95 85 pH-bande 5 TOPE TO Résultats: Paralogios (O) E TANK BE EUR ED TERRITORIES Vérifie par : // Washer & Date :// le: 28/0 1/06 A et B accouplés : par: A et B détruits:

Codification: E-Fishe Labo-01
Version: Q
Date 18/05/2006
Page 2/2

FICHE DE SURVI ANALYTHOLE DE RESILIFAD
ET DE DESTRUCTION DES ECHANTICLONS

CONCLUSIONS

RESULTATS ANORMAUX ET RESERVES
Date of

To a state		CONCLUSIO)NS = 1 1 1 1	经证明,但是是是是是是是是是是是是是	
ai Echantillon	The second secon	TOTEL DAVIS AVEOUR	Andribustedsbrown	Seatta a sabilità della	Date et Visa
	Présence de	erente en			Lighten Spirit
	ាម ពិទ្យាទានទេ	andreas and and	Comit and the second		
	ANT STATE OF STATE				Market St.
	Presence de				i da perdet.
	引使用的医生物解剖的 医皮肤性肾盂炎	(Conf		
nd menderal	Dépisiage	4 (4)			
	Présence de				
	(=/= , 1 .),	nparaneau/-presi %)	Cycle Scient Color (Color Color Colo		
ON AND		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			
	Dépistage	Transfer of the Colon of the Co	Confr. à une concentration		
	Présence de	**************************************	à une concentration.	ed Section	
	(1/2)	supérieure au / proch %)	e du seun de		
		H.,			
					STATE OF THE PROPERTY OF THE P
	Dépistage :		Conf		9.00.00
04 99543	Dépistage : NB : les résult	ats de(s) l'essai(s)	CONT ESPLANCION SONT TOU de la clamble	pas) (oralement) Wardne ar me	<i>\$\$\\\$\(6</i>
R	NB les résult exploitables en interférence mat	ais de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi	ESPLACEDINE sont tion de 19, autublis		建筑线数数数
<i>9</i> 8	NB les résult exploitables en interférence mat	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle	ESPLANCIONE SONIL	A ROZ	ट्रेड्डिस ट्रेड्डिस
R	NB les résult exploitables en interférence mat	ats de(s) l'essai(s), raison d'une inhibitionelle. Supenieun cui chance et comige	ESPLANCIONE SONI Secur da la Malia Secur da la Ma	(14/20%.) 4/-20%.)	Our OROS
	NB les résult exploitables en interférence mat	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Superneun au connecel connege connege	esel el Come sont tion de la desellation secur de la Male e u.S. languarte de e	1/ 30% 1/ 10% (=30%) eraling 66	ON OROGO
S. S. J. S. J. S.	NB les résult exploitables en interférence mat. Il ephone conclusion de la place est insuffisante dans ce ca	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chine el connige chine el connige pour conclure, utiliser s, indiquer le nombre de	ESPLANCIONE SONT ion de 10. CAMPAINS Secret de 11. Algue 2. U.S. Veng mil 16. 22. 3. 9 mg/ml 14. CA (2.000 A) Sense E-Fiche Labo-M Bis en con- jeuilles unlisées. A.	HEAST STATES OF THE STATES OF	ON OROS ACCESSION LONG CESSION ASSOCIATION OF THE PROPERTY
S. S. J. S. J. S.	NB les résult exploitables en interférence mat. Il ephone conclusion de la place est insuffisante dans ce ca	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chine el connige chine el connige pour conclure, utiliser s, indiquer le nombre de	ESPLANCIONE SONT SON DE 10 CHANGE SCAL DE LA MARIE SCAL DE LA MARIE SCAL DE LA MARIE SCAL DE LA MARIE E-Fiche Lubo-Ulbis accom-	HEAST STATES OF THE STATES OF	PARC OF VISA
SU SERIO SUL SUL RESULTATI	NB les résult exploitables en interférence mat. Il ephone conclusion de la place est insuffisante dans ce ca	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chine el connige chine el connige pour conclure, utiliser s, indiquer le nombre de	ESPLOYED THE SOUTH	A LOS DE PROPERTIES CONTRACTOR CO	ON OROS ACCESSION LONG CESSION ASSOCIATION OF THE PROPERTY
RESULTATION OF THE PROPERTY OF	NB les résult exploitables en interférence mat I/E explore - conc testo e conc epit d'applice est insuffisante dans ce co	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chine el connige chine el connige pour conclure, utiliser s, indiquer le nombre de	FERDING OF SONT SONT SONT SONT SONT SONT SONT SONT	NOMES	PARC OF VISA
RESULTATION OF THE PROPERTY OF	NB les résult exploitables en interférence mat. LE explore concidence mat. LE explore mat	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chine el connige chine el connige pour conclure, utiliser s, indiquer le nombre de	POUR VESSALE	NOMES	PARC OF VISA
RESULTATE	NB les résult exploitables en interférence mat. LE explore concidence mat. LE explore mat	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieur cau Dinnée el connige Dinnée el Visa	RESULITATS RESULITATS POUR VERNING RESULITATS POUR VESSALE PRO 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18	NORMALX NORMS	PARC OF VISA
RESULTATE	NB les résult exploitables en interférence mat I/L explore - conc testo e concentration e concentra	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chine el connige chine el connige pour conclure, utiliser s, indiquer le nombre de	ESPLANCIONE SONTE FROM THE SO	NORMAUX	PARC OF VISA
S. SELLIATE COS. N. S. L. C. S. C. S	NB les résult exploitables en interférence mat. L/E explore - conc testo e conc testo e conc testo e conc testo e conc e pit d'applice est insuffisante dans ce ca se NORMA UX. COOL ESOLE Fégathe pour les essais. ESOL ESOL el ESO.	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieur cau Dinnée el connige Dinnée el Visa	RESULATATS TIMM FROM THE PROPERTY OF THE PRO	NORMAUX	Parts Sign 196 Evaluation of C6/S200 Date et Visa Z20196 EVALUATION
SE SELECTATE OF A SEL	NB les résult exploitables en interférence mat. I/E explore - conc teste e conc teste e conc teste e conc epit e dans ce cons suffisante dans ce cons NORMAUX. SNORMAUX. ESO2, ESO4 el ESO5.	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieur cau Dinnée el connige Dinnée el Visa	ESPLANCIONE SONT TION DE 10 COMMENTE SONT DE 1	NORMAUX NORMAUX NORMAUX	Parts Sign 196 Evaluation of C6/S200 Date et Visa Z20196 EVALUATION
SELECTATE RESULTATE BU 91174: ESOS COUNTY AT 102 JUSTOS	NB les résult exploitables en interférence mat. L/E explore - conc testo e conc testo e conc testo e conc testo e conc e pit d'applice est insuffisante dans ce ca se NORMA UX. COOL ESOLE Fégathe pour les essais. ESOL ESOL el ESO.	ats de(s) l'essai(s) raison d'une inhibi ricielle Supenieun cui chave el comige chave el comige pohnet el comige spour conclure utiliver s, indiquer le nombre de	RESULATATS TIMM FROM THE PROPERTY OF THE PRO	NORMAUX NORMAUX HEATegange	Parts Sign 196 Evaluation of C6/S200 Date et Visa Z20196 EVALUATION

dition du (des) rapport(s) d'analyse : Visa : Convérification du(des) rapport(s) d'analyse par la LT et l'AQ d Conv

Date et Visa : AN 25010 USADA 0008

ENREGISTREMENT

Codification: E-Fiche-labo-01BIS

Version: A

Date: 01/07/2004

FICHE COMPLEMENTAIRE POUR LA CONCLUSION DES RESULTATS ANALYTIQUES

Numéro de la feuille:

Numéro de Labo: 178/07 <u>Analyses concernées:</u>

□analyses Conventionnelles Chimie LC Danalyses Conventionnelles Chimie GC

□analyses Conventionnelles Immunochimie

▼analyses Spécialisées Chimie GC: ☐ HES ▼12C/13C

□analyses Spécialisées Biologie: EPO

□analyses Spécialisées Biologie (et Chimie): HBOCs

CONCLUSION (à dater et signer par le Responsable technique):

995474: l'analyse de l'échantillon par spectro de masse de rapport isotopy (==31) indique une origine exogène de métabolites de la testoctérone, cohérente avec une prise de tetro on de l'un de ses précuroeurs. L'origine exogère des métabolites de la testostèrme a été dojectivée sur la base d'un apparurissement isotopique de 3,99% et 6,14%., respectivement pour les métabolites androsterme et 5x androstanediol. Seriel de positivité de l'ANA: apparent istoppe > 3%. (±0,8% interne au laboratoire).

> 2=1,025 PH=52

D 25/07/06

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-TE-05 A Version: B Date: 22/08/2005 2/2
	TRACABILITE DES FLACO	NS A ET B

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 - 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005

1/2

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005

2/2

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 ^{ème} analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
	, .			

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

26 (C. Frelat)

Développement

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

	Période : Semain					
- CONTION	ENREGISTREMENT / GES	TION DES EC	HANTILLONS	SEC	CRETARL	
RECEPTION 47 (B.Testine)		par suppléance Azzopardi) HSENT	V8((F. Neveu)	33 (C Loub	P	K. De Min)
Chargé d'accueil		W. Rahali)	V22 (J. Alexia)	Secré	taires tech	niques
	Techniciens de la logistiq	ue technique et	vacataires TDF		TE I C	
C	ONTROLE CHIMIE GC			TROLE CHIM		
16 (T. Rousseau	(IEG) EG09	B (PS)	22 (D. Redon)	Préparation ES03 Mise en tube		
45 (F. Zavodski	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube		19 (M. Garcia)	Préparation ES0 Mise en tube		
35 (E. Després	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	٠٤	20 (A. Barlagne)	Maintenance LO Lecture des trac Remplacements	cés s éventuels	
24 (J. Chauvea	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		19 (M. Garcia).	Maintenance L Lecture des tra	cés	
37 (C. Galato	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		31 (N. Laudet)	Confirmation Remplacemen		
28 (M. Cario	Confirmation GC/MS ⁿ					
23 (R. Barlag	ne) Confirmation GC/MS ⁿ	1	Dévelop	pement et rempla	cements éve	entuels
17 (L. Déterpi	gny) Confirmation GC/MS ⁿ		27 (A. Lahaussoi	s) V20 (F	nacio)	V21 (W Raha
<u>utapy</u>	57		V19 (S. Pipard	30 (G. F	Bondu)	
		CONTRO	OLE IRMS	7		
26 (C. Fre	lat) Confirmation IRMS 49	(C. Mangangu)	Confirmation IRMS Développement	V2 (A. 1	Batisse)	Confirmation IR Développement

Chimistes Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

Développement

En formation

Absente

responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Semaine du 17 au 21 juillet 2006

	renoue.	Ocidian de la companya de la company			
CONTROLE	IMMUNO HRO	Cs. TS	CC	ONTROLE EPO	
41 (I. Roulland)	LE IMMUNO, HBOCs, TS Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube		44 (L. Martin)	Contrôle EP Développen	
15 (A. Gaillard)	Contrôle Tr	ansfusion	42 (JA. Martin	Contrôle El Développer	
China			ogistes V	e ner suppléance)	
VA	LIDATION DES		approbation des résultat	IRMS	IMMUNO
GC/MS		L	C/MS ^a		13 (N. Crépin)
18 (E. Cerpolini)	(L. Pasoaud)	14 (I. Bailloux)	A. Lahaussois)	49 (C. Mongongu)	Osel
- deut		Responsab	les de secteurs		
		APPROBATION	DES RESULTATS		
			RMS	IMMUN	O et EPO
GC/MS* et L 09 (Dr. N. M	léehin)	10 (Dr.	C. Buisson)		Lasne)
- 11			t, responsables technique	PRESENTATIO	N DES RESULTA
04 (Dr. A. Mo	olina P	A(A. Laurent)	ORTS D'ANALYSE 09 (Dr. N. Méchin)	05 (Da	serte.
Resp de la logistique et de la gestion des éc Responsable Assuran	hantillons ce qualité	d'an	érification des papports alyse	Responsable	ge a etuae, de la documentation
\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	al A	PPROBATION DE	S RAPPORTS D'ANAL		0.5 (D. C. F
01 (Pr. J. de Ceaun	2) 09 (Dr. N.	reker!		(Dr F Lasne)	05 (Dr. S. Ferar
Directeur fu laborate	7		nent, responsables technic	• ,	Chargé d'étude Responsable de la
(manipulation des éch	antillons, analyses	, resultats,). IN app	eptibles d'être impliqués paraissent pas les personn tien logistique (métrologi le contrôle antidopage (ch	e gestion des substa	nces de référence,
meme, n'apparaissent	pas les ioncuons a	HILLONGS & I BOLLVILO		* 1	

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

	Période : Samedi 22 juillet 2006	
RECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)	SECRETARIAT
	(c. respective)	33 (C Loubet)
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio) V21 (W. Rahali) V22 (J. Alex	ia) Secrétaires techniques
	A Mis	
	Techniciens de la logistique technique et vacataires TDF	

CO	NTROLE CHIMIE GC	CON	TROLE CHIMIE LC	
16 (T. Rousseau)	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube	19 (M. Garcia)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
45 (F. Zavodski)	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	19 (M Garcia)	Preparation ES03B (LCF Mise en tube	0
16 (T. Rousseau)	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	20 (A. Barlagne)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
17 (L. Déterpigny)	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracès	27 (A. Lahaussois)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
37 (C. Garatola)	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	27 (A. Lahaussois)	Confirmation LC/MS ⁿ	• .
18 (E. Cerpolini)	Confirmation GC/MS ⁿ			
		Développ	ement et remplacements é	ventuels
		30 (G. Bondu)	14 (I. Bailloux)	
			•	
	CON	TROLE IRMS		
26 (C. Frelat)	Confirmation IRMS 49 (C. Mongons) Développement	Confirmation IRMS Développement		Confirmation IRMS Développement En formation

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Samedi 22 juillet 2006

· .	rei	Toue . Samea	22 juniet 2000			
	CONTROLE IMMU	NO, HBOCs, TS		CONTI	ROLE EPO	
15 (A. Gaillard)	Contrôle HBOCs Mise en tube				Contrôle EPO Développement EPO	
15 (A. Gaillard)	Contrôle Transfusion		42 (JA. Martin) Contrôle EPO Développement			
			ologistes			
•	VALIDATION DES	RESULTATS (e	t approbation des résu	ıltats par suppléanc	e)	
GC	/MS ⁿ		LC/MS ⁿ	IRMS	IMMUNO.	
18 (E. Cerpolini)			A. lahausso	is) 49 (6 Mongon	n) 13 (N. Crépin)	
		Response	ables de secteurs			
		APPROBATIO	ON DES RESULTATS			
GC/MS*	et LC/MS ⁿ		IRMS	IMM	IUNO et EPO	
VEDIEICAT	ION DE LA CONFOR		ent, responsables techni PORTS D'ANALYSE		TION DES RESULTAT	
VERIFICIAL	1.49	(A. Laucat)				
Resp. de la logist et de la gestion d Responsable Ass	les échantillons		vérification des rapport malyse	s C Responsai	'hargé d'étude, ble de la documentation	
/	AP	PROBATION D	ES RAPPORTS D'AN	ALYSE		
01 (Pr /. dd Ce					· ·	
Decteur du lab	oratoire ,	Chefs de départe	ment, responsables tech	niques	Chargé d'étude, Responsable de la d	

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période : Dimanche 23 juillet 2006	
ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)	SECRETARIAT
(et reception par suppression)	33 (C Loubet)
V20 (F. Inacio) V21 (W. Rabali) V22 (J. Alexia)	Secrétaires techniques
(Ala)	
	ENREGISTREMENT / GESTION DES ECHANTILLONS (et réception par suppléance)

CON	TROLE CHIMIE GC		CON'	TROLE CHIMIE LC	
28 (M. Cariou) 7	Préparation ES08 (HES) et Mise en tube	ES08B (PS)	22 (D. Redon)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
35 (E. Després)	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube		22 (D. Redon)	Préparation ES03B (LCH Mise en tube)
35 (E. Després)	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube		14 (I. Bailloux)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
12 () Pastaud)	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		23 (R. Barlagne)	Confirmation LC/MS ⁿ	•
09 (N. Méchin)	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés				•
28 (M. Cariou)	Confirmation GC/MS ⁿ				
			Développ	oement et remplacements é	ventuels
	7				
		CONTRO	LE IRMS		
	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu)	Confirmation IRMS Développement		Confirmation IRM Développement En formation

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Printe Dimanche 23 juillet 2006

Mise en tube Contrôle Transfusion	EDO.
Biologistes VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance) GC/MS" LC/MS" IRMS I (I. Bailloux) Responsables de secteurs APPROBATION DES RESULTATS GC/MS" et LC/MS" IRMS IRMS IMMUNO et H O9 (Dr. N. Méetin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méetin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'é Responsable de la d'analyse	ement EPO
VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance) GC/MS" IRMS 14 (I. Bailloux) Responsables de secteurs APPROBATION DES RESULTATS GC/MS" et LC/MS" IRMS IMMUNO et H O9 (Dr. N. Méchin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'é Responsable de la d'analyse	EPO pement EPO
APPROBATION DES RESULTATS GC/MS" et LC/MS" APPROBATION DES RESULTATS IRMS APPROBATION DES RESULTATS IRMS IMMUNO et E O9 (Dr. N. Méchin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'é Responsable de la de	
Responsables de secteurs APPROBATION DES RESULTATS GC/MS" et LC/MS" O9 (Dr. N. Méchin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'é Responsable de la de	MMUNO
APPROBATION DES RESULTATS GC/MS ⁿ et LC/MS ⁿ IRMS IMMUNO et F 09 (Dr. N. Méchin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE 09 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'échantillons	
GC/MS ⁿ et LC/MS ⁿ O9 (Dr. N. Méchin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Responsable de la de	
O9 (Dr. N. Méchin) Chefs de département, responsables techniques VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'ét Responsable de la de la description des échantillons	EPO
VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE O9 (Dr. N. Méchin) Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse Chargé d'é Responsable de la de	sne)
Resp. de la logistique technique Suppléantes pour la vérification des rapports Chargé d'é et de la gestion des échantillons d'analyse Responsable de la d	S RESULTA
Resp. de la logistique technique suppleantes pour la very temperature de la desponsable de la dest de la gestion des échantillons d'analyse Responsable de la d	
Responsable Assurance qualité	tude, ocumentatio
APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE	
01 (Pr. J. de Ceaugia)	nargé d'étud

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période :	Semaine	du	24	au	28	juillet 2006

RECEPTION	ENREGISTREMENT (et réc	T / GESTION DES : ception par suppléar	1Ce)	SECRET	
47 (B.Terrine)	11 (S/Rousseau)	V13 (J. Azzopardi) Absert logistique technique e	V8 (Tableveu)	33 (C Loubet)	32 (K. De Min)
				TOUR CHIPME I C	
· C	ONTROLE CHIMIE GC			ROLE CHIMIE LC	
16 (T. Rousseau)	Préparation ES08 (HES) e Mise en tube	± ES08B (PS)	17 (112. Com one)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
37 (C. Galatola)	Préparation ES02 / ES020 Mise en tube	C	L. 100001)	Préparation ES03B (LCI Mise en tube	H)
35 (E. Després) €· Ŋ·			31 (N. Laudet)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
24 (J. Chauveau	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		22 (D. Redon)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
45 (F. Zavodsk	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		20 (A. Barlagne)	Confirmation LC/MS ⁿ	•
28 (M. Cariou	Confirmation GC/MS ⁿ		27 (A. Lahaussois)	Confirmation LC/MS ⁿ	
23 (R. Barlagn			Développe	ement et remplacements	éventuels
17 (L. Déterpig	ny) Confirmation GC/MS ⁿ		27 (A. Lahaussois)	V20 (F. Inacio)	V21 (W. Raha
			V19 (S. Pipard)	30 (G. Bondu)	
		CONTRO	OLE IRMS		
26 (C. Frelat	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu)	Confirmation IRMS Développement	V2 (A. Batisse)	Confirmation IRM Développement En formation

responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

· L	Période :	Semaine du 24	au 28 juillet 200	06	
CONTROLE IMP	MUNO, HBOC	Cs, TS	C	ONTROLE EPO	
41 (I. Roulland) Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube		77 (D. 17101 CIL)		ôle EPO oppement EPO	
15 (A. Gaillard) Contrôle Transfusion			42 (JA. Martin		EPO ement EPO
WALID	ATION DES	Biolo	pprobation des résultat	ts nar sunnléance)	
GC/MS*	ATION DES		C/MS"	IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini) 12 (L. Paranti) 14 (I. Bailloux)			27 (A. Lahaussois)	49 (C. Mongongu)	13 (N. Crépin)
	,)		es de secteurs		
		APPROBATION	DES RESULTATS	<u> </u>	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
GC/MS" et LC/MS	S*	TR	RMS		NO et EPO
09 (Dr. N. Méchin) 10 (Dr. C. Buisson) 08 (Dr. F. Lasne) Chefs de département, responsables techniques					
VERIFICATION DE L	A CONFORM	TITE DES RAPPO	RTS D'ANALYSE	PRESENTATIO	ON DES RESULTA
04 (Dr. A. Moling)		A. Laurent)	09 (Dr. N. Méchin)	i d	r. S. Ferary) Secte
Resp. de la logistique techni et de la gestion des échantil Responsable Assurance qua	lons	oléantes pour la vér d'anai	ification des rapports lyse		rgé d'étude, de la documentation
	APP	ROBATION DES	RAPPORTS D'ANAL	YSE	
01 (D. 1 d. Ceauring	09 (D). N. M Hehen	échin)	08 ()	Dr. F. Lasne)	05 (Dr. S. Ferary
Directeur du laborafoire	/	Chefs de départemen	nt, responsables techniqu	ues	Chargé d'étude, Responsable de la d

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité,

PROPERTY CONTRACTORY	(15(6) 12 (17 (15 (15 (15 (15 (15 (15 (15 (15 (15 (15	IDVALL	Valueno (na 1921)
	064,577 deputatedimento 1927-7, est Almanya district		Co William
	The Right automorphism The Ri	no godine Dingune LE - 200 E	population.
A FOR STATE OF STATE OF A STATE O	literratorde Nammate El Regionale El Hillerboroffesting and acknow	R, SPD ST Storagos Alber Palme entropas E Stor Viedgemente	
Vousières convoqué(a) à uni contrôle amidopage « ou et Units / Unite		Contraction of the Contraction o	THE DEATH OF THE PROPERTY OF T
Realisation duscontrole, ¿Test completion 7110 25.72 10 25.72 10 Date du prélèvement sar Fehantillons A et By Sumples A and Gode Flacon le continier (no voire de BUR995474	B hispite to local mou	A CONTRACTOR OF THE STATE OF TH	
Ednanillond formed institutes in Ansutite lengurines to the Control of the Contro		61 0 642 5 77 11 0 642 5 77 1 0 642 5 642 5 77 1 0 642 5 77 1 0 642 5 77 1	THE STREET
等。 11. 11. 12. 12. 12. 12. 12. 12. 12. 12.	所為來其即於該來與此的為來 ,然而以經濟的以從傳播的	共业的发展。11位为2000年2000年2000年2000年2000年2000年2000年200	
Metije impris / Drugs L. NON E. Medicaments states avoir ate pris recemment / Drugs been recemment / Drugs	A CHARLES AND A CONTRACT OF THE PROPERTY OF TH		
Condimation (Condimation) The property of the condimation of the condition of the condimation of the condimation of the condition of the condit	Signature of Arthur Signat	Deléque tederal Federal Delégete :	4 0021
cremplaire Jestine au Laboratoire National de Dépista	ge du dopage – 143, avenue Roger-Sa		L. 01 660200

		Conforme N° écart :	non conforme
FICHE DESTINEE A	U LABORATOIRE NAT	TIONAL DE DEPISTA	AGE DU DOPA' 2006
Joindre obligatoirem	nent les PV et cette fiche a	vec les prélèvements bi	ologiques! 17207
Identification du méde	majuscules):BD.R.	Elèvements:	2,00
Nom/Prénom (en lettres	majuscules):),1,1,5,0,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1	/.W
	v Vlian Clandehm		5.55.511.600
Identification des cont	rôles: En con		rs Compétition
Le contrôle a-t-il été dil	igenté par une D.R.J.S.:	oui 🔲 non 😾 si oui	laquelle:
T. T.	= $=$ $=$ $=$ $=$ $=$ $=$ $=$ $=$ $=$	Crelina	
Nom de l'épreuve :	Tom di Tran	Date: 20	104/06
N° prélèvements :			VO.FO
MOFO		M □ F□ BUR9941	
BUR994179	H AN		
□Urine □Sang □Sérum	☐Urine ☐Sang ☐Sérum	UUrine □Sang □Séru	m □Urine □Sang □Sérum M □ F□
M O FO	M O FO	M 🗆 FO	
□Urine □Sang □Sérum	□Urine □Sang □Sérum	□Urine □Sang □Séru M □ F□	
M O FO	M O FO		
		D. D. D.	ım □Urine □Sang □Sérum
□Urine □Sang □Sérum	☐Urine ☐Sang ☐Sérum	☐Urine ☐Sang ☐Séru	in dorne doang doctum
Commentaires:			
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
Traçabilité de la chaîn	e du froid :		
Trajet : Lieu de prélèveme Stockage sur le lieu de coll	nt/domicile (ou cabinet) : lecte :	Ambiant □ +4°0 Ambiant □ +4°0	
Lieu de collecte (adre	esse où s'est effectué l'enl	èvement des échantillo	ns): PARO
Dénomination (Domic	cile/cabinet/laboratoire	.):	V.V
Adresse:	d Fland	······	
Enlèvement effectué l	e:20/07/06		
Reçu au LNDD le :	2 0 JUIL, 2006		
Version the 17/11/2005	÷ ∨ JUIL, 2900		



ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS

(Echantillons et Documents)

Du Docteur : BORDABERRY, Gérard	du 20/07/2006
<u>Transporteur</u> : DYNAPOST	
N° du Bordereau d'expédition :	
Date Réception des prélévements : 20/07/2006	Des Documents : 20/07/2006
Organisme : Cyclisme (UCI)	
Epreuve et Lieu: TDF 2006 étape n°17 à Morzin	e
Nombre total d'échantillons reçus : 3 A +	+ 3 B
Numéro(s) des échantillon(s):	
994178 994179 995474	
Numéro(s) Laboratoire attribué(s): 178/07	
Commentaires :	

Adeline MOLINA-PAUL Responsable Logistique

DRJS:

Alexander of the second of the

ENREGISTREMENT

Codification: E-AR-02

Version: C

Date: 28/06/2005

ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS sans document de livraison

Cas d'un TRANSPORT AU LABORATOIRE par chauffeur sans document de livraison

Organisme:	ucī			
Epreuve et lieu :	17'	Eliqu	· · · ·	
Date du contrôle :	20107/06			

Nombre total d'échantillons reçus :

Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon
901, 069			
991, 192			
220 145			The second second
901 128			
905171	2 - 3 - 3 - 3 - 3 - 3 - 3 - 3 - 3 - 3 -	and the second of the second	
995 414			•
2 FO 71411	 		
99117			
			11,99 \$6
			11 09 2
* 2.5 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			11677
			L.,

Commentaires:

P-99-427

Sang a 4'C

RECEPTION	AU	LA	BO	RAJ	COIRE
-----------	----	----	----	-----	-------

TRANSPORTEUR

Date et heure: 20-07-06

Nom:

SIMONET

Nom: RAHALI

Signature:

Signature:

Cachet:

LABORATOIRE NATIONAL

DE DEPISTAGE DU DOPAGE 143. av. Roger Salengro 92290 CHATENAY-MALABRY

92290 CHATENAY-MALABRY

761: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17

Tél.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 10

SIRENT 180 281.97 60 2010

SIRENT 180 281.97 60 2010

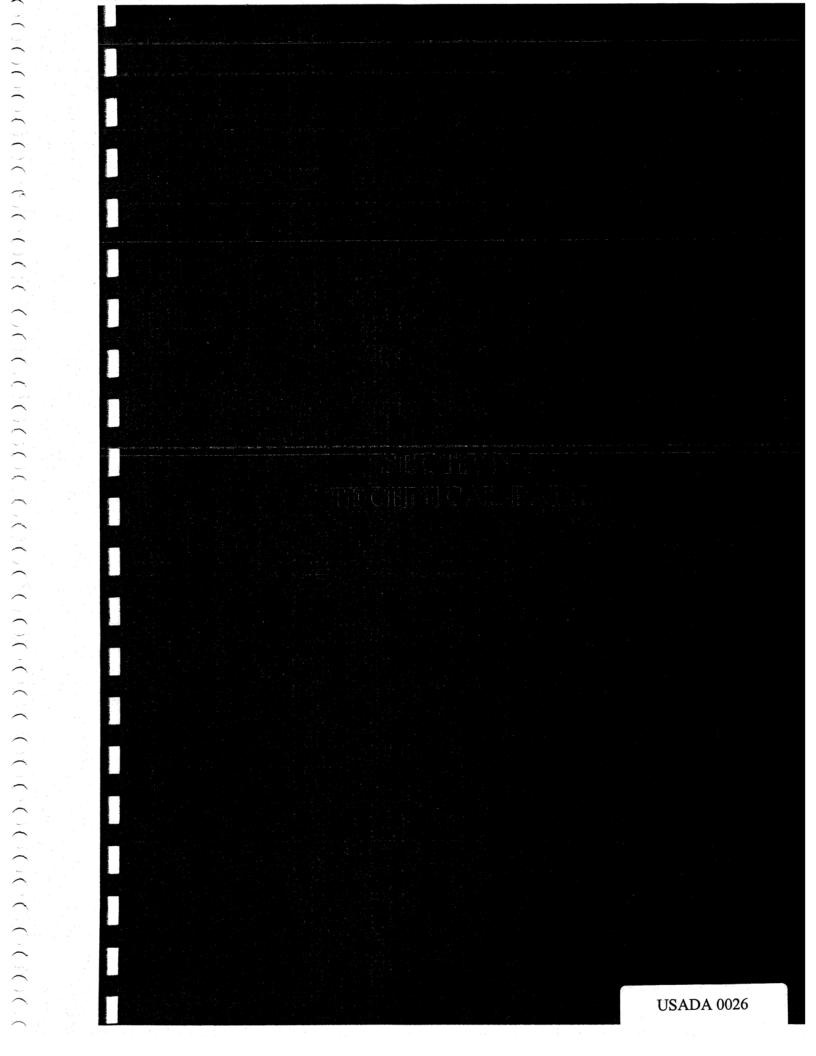
ENREGISTREMENT

Codification: E-EA-01

Version: **D**Date: 29/01/2006

ECART ANALYTIQUE No...96....

NOMede Panner	Nom de l'Opérateur : GALATOLA Le : All 1106Signature : Galatola.
INOTAL I SPANIO	reil: MSD IR 19, 21, 23 NUMERO de séquence:
	Confirmation TYPE de famille: And H
	/ERO(S) d'échantillon(s):
DESCRIPTION	DÉL'ECART 30H stampeold faible dans tous les recol 028
dans	un nouveaut recol c'est à dure 2 fois mours font que les dermiers points du recol 026
	PARTIE A REMPLIR AVEC LE RESPONSABLE
TRANSMISE A	AU RESPONSABLE: Nom: DECKIN Le: 21 46
MESTIPE IMM	PEDIATE PRISE Acceptation can co OK it produit
Ce. W. L	à Coster l'appareil mais re seavont pas à calitres
XXX.V.ONE	A. SAGILL.
DECISION SU	R L'ACCEPTABILITE DE L'ECART: (le N° de tout écart doit être reporté sur la fiche labo)
	iviation par rapport:
☐ à l'Essai acci	rédité, si oui lequel :
a i Essai van	idé mais non accrédité, si oui lequel :
- Pondération	de la déviation : re (elle ne compromet pas le résultat et conduit à un résultat qui reste couvert par la po
très mineur	re (elle ne compromet pas le resultat et conduit à un resultat qui reste couvert par la po
d'accréditation)	
d'accréditation) mineure (el d'accréditation)) lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la po , HP à écrire sur la fiche labo)
d'accréditation) mineure (el d'accréditation)) lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la pe
d'accréditation) mineure (el d'accréditation)) lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la po , HP à écrire sur la fiche labo)
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la pe , HP à écrire sur la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi:
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell En cas d par un Nota	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per le peut influer sur le résultat), en quoi de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell En cas d par un Nota	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la pe , HP à écrire sur la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi:
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell En cas d par un Nota par un résul	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi: de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la ltat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell En cas d par un Nota par un résul	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per de décrire sur la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse de Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la ltat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)
d'accréditation) mineure (el d'accréditation) majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per décrire sur la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la ltat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)
d'accréditation) mineure (el d'accréditation) majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse la Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la ltat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)
d'accréditation) mineure (el d'accréditation) majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR Ecceuse ACTION(S) C	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la litat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo) ROBABLE(S) Le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de l'écart): No manufacture de la concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de 100 stant
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR Eccure ACTION(S) C	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la pour le peut influer sur le résultat), en quoi le peut influer sur le résultat), en quoi le déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la ltat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo) ROBABLE(S): Le confection de la volution mix de l'Ou Hongel. CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): No manda de la volution de la volutio
d'accréditation) mineure (el d'accréditation, majeure (ell le	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la litat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo) ROBABLE(S) Le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de l'écart): No manufacture de la concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de la solution mix de 100 stant le concentration de 100 stant
d'accréditation mineure (el d'accréditation majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR Eccus ACTION(S) C Mesure(s) Pré	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per la per le décrire sur la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi: de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la litat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo) ROBABLE(S): CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): N° de trus la diquet de med 018, agent le colle 3 ou stanteur de la probabilité d'apparition d'un tel écart): N° eventive(s) (action visant à réduire la probabilité d'apparition d'un tel écart): N°
d'accréditation mineure (el d'accréditation majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR ACTION(S) C Limit Mesure(s) Pré	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la partie de la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi: de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse de Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la latat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo) ROBABLE(S) CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): No mandature de l'accréditation visant à réduire la probabilité d'apparition d'un tel écart): No mentique de l'accréditation visant à réduire la probabilité d'apparition d'un tel écart): No mentique de l'Opérateur Date et Signature du Responsable Date et Signature du RAO P décidée(s)
d'accréditation mineure (el d'accréditation, majeure (ell En cas d par un Nota par un résul CAUSE(S) PR ACTION(S) C Mesure(s) Pré Date et Signat si AC et/ou Al	lle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la per par la per par la fiche labo) le peut influer sur le résultat), en quoi: de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse à Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche la litat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo) CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): N° CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): N° Le la de l'opérateur Date et Signature du Responsable Date et Signature du RAO Date et Signature du RAO



SECTION 2 TECHNICAL PART

2.1 Immunological screening

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date :27/02/2006

1/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β-

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : E-TE-02C pour une analyse de screening, E-TE-03G pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

0 2 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"

- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ LNDD

Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube I-TE-03.

Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.

Préalablement à toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires M-E-04 et M-V-13.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C; il seront décongelés selon le mode opératoire M-TE-05. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes E-TE-02C.

La vérification n'est commencée que lorsque l'automate est prêt.

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date: 27/02/2006

2/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiante) avant de procéder à l'analyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

SPECIMEN CONFIDENTIEL

- Sélectionner "Liste des demandes"
- Sélectionner "F6 Patient"
- Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-j'j'm'm'-n'

avec:

ijmm = date d'analyse

n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

j'j'm'm' = date de mise en tube

n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex: "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

<u>Notes</u>

S'il s'agit dune vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire. De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

Sélectionner "F6 Ajouter"

Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex: 123/12 123456)

Notes

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date: 27/02/2006

3/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456) S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d) De même si'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

Sélectionner "F6 Ajouter"

Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.

Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

SPECIMEN

avec:

jjmm = date d'analyse

n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex: "Commentaire" = 0603-1-CQ LH

Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

S'il s'agit dune vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire. De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire CONFIDENTIEL

Sélectionner "F6 Ajouter"

10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jjmm-n-CQ hCG

avec:

jimm = date d'analyse

n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex: "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG

Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit dune vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire. De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

11 Sélectionner "F6 Ajouter"

12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"

13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur C-MA-Axsym Echantillons.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date: 27/02/2006

4/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.

- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex: « B04 : 123/12 123456 » = Cuve échantillon n°4 ; portoir B, échantillon 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ajouter.
- Lancer l'analyse au moyen de la touche verte "Lancer"

SPECIMEN

- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouvelle analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH: dilution avec le calibrateur A (0 UI/L) AXR11-AB.
 - Analyse β hCG : dilution $% \left(1\right) =\left(1\right) +\left(1\right$

Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2. Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'exception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.

- Effectuer les maintenances nécessaires selon l'instruction I-M-11.

CONFIDENTIEL

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date :27/02/2006 5 / 5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	and_
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	NU
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	TITLE
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	1000

EVO	JL	TIO	NS

N° Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par	07/01/2005
	l'automate.	
I	- Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la	03/02/2006
	centri.	,
. *	- Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon	
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquos, mais il n'étati écrit	27/02/2006
	nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-02C

Version: H

Date: 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

More opératoire M	-An-08	Version	7				
Lot calibrateurs LH 36	613 210	2	Lot calibrateurs	β-hCG	36 467 Q	100	
	612210		Lot contrôles β-	hCG	35 330 6	200	
	Q2 Q10		Lot réactifs β-h	cg [39 5% 8	مدو	
			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			,	
Series 111/01	178/07			- -			
						<u> </u>	
Remis					- 1		
Mise en tube : date et n°	21.01.06		Code blanc urinaire	910f	1-Blu-	erof	1
L	2.07.00	. <u>()</u>					
						NIESCHVEEN	- 100 E
Operation	- Date:	Heure	Jidentifica	uon dusn	atenellutilise		Paraphe
Congélation éventuelle		h h	Congel.	ои	CH-FR.		
Décongélation		h					
Prise en charge de la mise en tube	20106	10°10		Sans of	bjet .		IR
Vortex et centrifugation	20106	6 NO	Centri. 8				IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	210406	10 h20	Refrig. (3	ou	CH-FR.		IR
Destruction des tubes	20406	12 n 00		Sans o	bjet .		IR
		**					
Remarques							

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-lmm, une copie est fournie avec le dossier de la série.

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE 143 avenue ROGER SALENGRO 92290 CHATENAY MALABRY IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

.IDE: 178/07 995474

IDP: Nom: Date: 21/07/06

DOGACE	RESULTATS UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES	
DOSAGE			UNDILUTED	0.00 - 12.00	
BhCG 21/07/06	1.45 IU/L 10:59				
LH 21/07/06	1.09 IU/L 11:09		UNDILUTED	0.00 - 40.00	

Date :210,106 Opérateur :41 Résultats: Dans les normes ☐ A vérifier

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.2 Natural hormone screening

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-SCREENING

Date: 31/03/2006

1/1

SPECIMEN

LISTE DES ESSAIS DE DEPISTAGE RAPIDE

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

ODE de l'Essai	MATRICE analysée	ABREGE de la famille recherchée		MODE OPERATOIRE DE PREPARATION	MODE OPERATOIRE D'ANALYSE
S02	Urine		Recherche par CG/SM de molécules basiques extractibles par SPE échangeuse de cations-Méthode de semi-quantification de la Morphine	M-EX-02	M-AN-04
20020	Urine	EPH	Recherche et semi-quantification des éphédrines	M-EX-02	M-AN-02C
ES02C ES03	Urine	CD	Recherche par CLHP/UV/SM de diurétiques et corticostéroïdes	M-EX-03G	M-AN-32
ES03B	Urine	LCH	Recherche par CLHP/SM multiétage d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31
ES03C	Urine	LCHQ	Recherche par CLHP/SM d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31B
ES04	Urine	ANABO (ou H)	Recherche CG/SM de molécules à effet anabolisant et autres molécules extractibles par SPE apolaire avec semi-quantification des stéroïdes endogènes et des molécules à seuil de positivité	M-EX-04	M-AN-06B
ES05	Urine	ANABO (ou MS2)	Recherche CG/SM/SM de molécules à effe		M-AN-07E
ES06	Urine	IMM (ou Immunologie	Dosage par immunofluorescence des hormone peptidiques LH et β-hCG	M-AN-08	M-AN-08
ES07	Urine	EPO	Analyse par focalisation et doublimmunoblotting d'isoformes des erythropoiétines	M-EX-25	
ES08	Urine	HES ou HEA	Recherche de l'hydroxyéthylamidon par CG/SM	M-EX-22	
ES08E		PS	Recherche de polysaccharides par colorimétrie	M-EX-50	M-AN-5

ESS01	Sang	Recherche d' Hemoglobin-Based Oxygen Carriers par éléctrophorèse	WITH THE
ESS02	Sang	Recherche des transfusions sanguines homologues par cytométrie en flux	-WIEL

N.B: Les codes des essais sont inscrits en gras lorsqu'ils sont dans la portée d'accréditation valide

STATE OF THE PROPERTY OF THE PARTY OF THE PA

	Motif	Date diffusion
Date de création 02/2006	 Le mode opératoire de préparation dans l'ESO3 a changé ce n'est plus le M-EX-03B mais le M-EX-03G Cf. E-INFO n°56. Dans l'ESSO1 le mode opératoire d'analyse n'est plus le M-AN-53. Ajout de l'ES08B. Ajout de l'ES02B. Suppression de l'essai ES10 (Mésocarb par GC/MS) 	16/03/2006
03/2006	Madification de l'ESO2R en ESO2C	17/03/2006
J	Modification du Mode Opératoire d'analyse de l'ESO4 (M-AN-06B au lieu de M-AN-06).	31/03/2006

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04

Version: D

Date :03/11/2005

1/3

METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

Documents utilisés: M-P-03B, I-N-25, I-M-01, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-TE-02J

E-TE-02J SPECIMEN

OPÉRATIONS

MATÉRIEL

RÉACTIFS ET PRODUITS

Prise d'essai = 2 mL

Tubes 16x100

Pipette 1-5 mL, cônes de 5 mL

Ajouter 100 µL de SIm02

Pipette Eppendorf à déplacement positif

Combitips

Solution de 17 amethyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide +

salbu D3 (CH-FR.1)

Agiter au vortex

Vortex

Ajuster à pH = 7 en agitant au vortex

Papier pH 0-14

Vortex

Flacons compte gouttes K2CO3,

CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH=6.5

Dispensette

Solution tampon pH 6.5

(CH-FR.1)

Agiter au vortex

Vortex

Ajouter une goutte de β-glu

Flacon compte goutte

β-glu: β-glucuronidase (CH-FR.1)

Agiter au vortex Boucher les tubes Vortex Bouchons CONFIDENTIEL

Hydrolyser 1h à 55°C

Etuve

ASSURANCE QUALITÉ

Laisser refroidir à température ambiante

Ajouter 100 µL de tampon pH=11

Pipette Eppendorf à déplacement positif

Combitips

Solution tampon pH 11

Agiter au vortex

Vortex

Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex

Papier pH 7-14

Vortex

Flacons compte gouttes K2CO3,

CH3COOH

Centrifuger 5 min

Centrifugueuse à 4000 tr/min

Transvaser le surnageant

Tubes à hémolyse 12,5x100

APPLICABLE le

0 3 NOV. 2005

Extraire par SPE selon la méthode ANABO
Cf I-N-25 et I-M-01

Gilson ASPEC XL4 Cartouches Bond Elut C18, 200mg/3mL Bouchons d'étanchéité

Tubes à hémolyse 12,5x75

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04

Version: D

Date:03/11/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET: BOUCHER ET STOCKER LES TUBES A +4°C

(temps de conservation max : 3 jours)

Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75

CH-FR-1

Evaporer jusqu'à séchage complet (de 20 à 30 min)

Bain à sec à 60 °C + Soufflettes

Azote

Sous la hotte et à température ambiante Ajouter 50 µL de réactif H et boucher les tubes

Seringue Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75 Cf M-P-03B

Solution de réactif H (CH-FR.1)

Agiter au vortex

Dériver 20 min à 60°C

Vortex

Bain à sec Tubes fermés

Conditionner en vials préalablement identifiés selon I-TRAC-01 En prélevant d'abord $\sim 21~\mu L$ pour la MS2 puis ~ 20 µL pour les H

Vial polypropylène à insert 200 μL Capsule à sertir

SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET: CONSERVER LES VIALS A TEMPERATURE AMBIANTE (temps de conservation max: 24 h)

u y

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

D

l'échantillon.

avec l'azote qu'avec l'air).

MODE OPÉRATOIRE

Syrin 2. Pasjonie gingang - Dag

Codification: M-EX-04

Version: **D**Date:03/11/2005
3/3

,

METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

		Statement Mariante Commission of the control of the	The same of the sa			
rédigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	algariet.			
vérifié par	Nathalie MECHIN	02/11/2005	phing			
vérifié par	Aurélie LAURENT	03/11/2005	A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH			
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	03/11/2005	1000			
			7 80 1			
	D.V(0)1	HEADKODDE:				
Nº Version	M	Date				
В	rassemblement de M-EX-04, M-EX-04F, G et H, ne plus mettre dans le 17/03/2003 titre le critère "hydrolyse" .Ajouter ce critère ainsi que celui du réactif utilisé dans le contenu du doc.					
С	- Ajout d'une étape pour la préparation des échantillons lorsqu'ils doivent être repréparés pour Salbutamol>500ng/ml - Précision sur l'homogénéisation de l'échantillon (vortex) (E-INFO du 17/03/04) - Ajout de l'étape de remplissage de la fiche de préparation E-TE-02J (action 7, audit 26) - L'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) - Mode opératoire concernant uniquement les échantillons et non plus le recal et mix (création de M-EXMIX-04).					

SPECIMEN

Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage plus rapide

Précision d'une étape : vortexer les tubes après ajout du réactif H.

Note d'information N°38: si salbutamol >500ng/mL, ne plus remettre 03/11/2005

CONFIDENTIEL

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EXMIX-04

Version: B

Date:03/11/2005

1/2

METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

Documents utilisés: I-N-25, I-M-01, M-P-03B, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-PMIX-04

MATÉRIEL

CONFIDENTIFI

RÉACTIFS ET PRODUITS

OPÉRATIONS

RECAL H	MIX MS2
Prise d'essai = 3 mL de tampon pH 6,5	Prise d'essai = 2 mL de blanc urinaire + 1 mL de tampon pH 6,5

Ajouter 50 μL de	Ajouter 50 μL de Mix
Recal H	MS2

Ajouter	100	μL de
TH	C-M	1

Agiter	ลแ	vortex	
Agitui		, 02,00	

Ajouter	100	μL	de	SIm02	

Agiter au vortex

Ajouter 100 μL de tampon pH=11

Agiter au vortex

Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex

Centrifuger 5 min

Transvaser le surnageant

Extraire par SPE selon la méthode ANABO Cf I-N-25 et I-M-01

Evaporer jusqu'à séchage complet (de 20 à 30 min)

Sous la hotte et à température ambiante Ajouter 50 µL de réactif H et boucher les tubes

Agiter au vortex

Dériver 20 min à 60°C

Conditionner en vials préalablement identifiés selon I-TRAC-01

Pipette 1-5 mL Cônes SPECIMEN

Seringues de 50 µL

Seringues de 50 µL

Vortex

Pipette Eppendorf à déplacement positif et combitips

Vortex

Pipette Eppendorf à déplacement positif et combitips

Vortex

Papier pH7-14 Vortex

Centrifugueuse à 4000 tr/min

Tubes à hémolyse 12,5x100

Gilson ASPEC XL4, cartouches Bond Elut C18, 200mg/3mL, bouchons d'étanchéité, tubes à hémolyse 12,5x75

Bain à sec à 60 °C + Soufflettes

Seringue Bouchons pour tubes 12,5x75

Vortex

Bain à sec Tubes fermés

Vial polypropylène à insert 200 μL Capsule à sertir

Pipette, cônes 200 µL

Blanc urinaire < 5 jours (CH-FR.1) Solution tampon pH 6,5 (CH-FR.1)

Solution de Recal H (CH-FR.1) Solution de mix MS2 (CH-FR.1)

Solution de THC-M: STUP 32 (CH-FR.1)

Solution de 17a méthyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide + salbu D3 (CH-FR.1)

Solution tampon pH 11

Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH

URANCE QUALITÉ LNDD

Solution de réactif H Cf M-P-03B (CH-FR.1)

APPLICABLE le

Azote

0 3 NOV. 2005

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EXMIX-04

Version: B

Date :03/11/2005 2/2

METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

	Pasaning which fits	This	Salutaines .
rédigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	or Cariot.
vérifié par	Nathalie MECHIN	02/11/2005	Checkin
vérifié par	Aurélie LAURENT	03/11/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	03/11/2005	
approuve pur			//()

	Motif	Date
Nº Version		03/12/2004
В	Création du document. Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage à l'azote plus rapide qu'avec de l'air). Précision d'une étape : vortexer les échantillons après avoir ajouté le réactif H.	1

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT

Codification: E-INFO

Version: C

Date: 09/07/2004

1/1

COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s): M_EXMIX_O4

Durée d'application de la modification:

- ☐ TEMPORAIRE, date de début d'application:..... date de fin d'application:
- DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des)doc.concerné(s))

date de début d'application: 18/115

Modification apportée:

Lors de la préparation du Mix MS2, apouter: . 50 pl de Mix MS2 (comme undiquer dans le made operatione) + 10 pl de MIX bis

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

PRSUBANCE QUALITÉ **PR**SUBANCE QUALITÉ

ASSURANCE QUALITÉ LNDD

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

Identification par un NUMERO..4.O.
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant au Département Assurance Qualité

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-02J

Version: B

Date: 18/07/2006

1/1

DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire d'extraction : M-EX-04 Version: D	
Date et n° de la mise en tube: 211071000 Code du CQ H: 0280	
CO*, densité et pH du BLU**: 45 d: 1005 Code du CQ MS2:	
n° Séries ou Echantillons: R 159107 994077; 2160107 994183 - 994181;	

Opération	Date	Heure de début	Heure de récupération	Identification du matériel utilisé	CO*+
Stockage à + 4°C					E 0
Ajout du SIm02	216764	Sh.W		Code du SIm02 : 31+	35
Mise à pH 7	21102104	9R45		Code du tampon pH 6.5: TOGO 6-11 DLU*** de la figlu: 16 18 108	35.
Hydrolyse	21676	9850	Johns	Etuve nº: S	€035
Mise à pH 9	216764	12/25		Code du tampon pH 11:	35
Extraction	216766	MR30	13R30	Gilson n°:	35
Stockage à +4°C					 E D
Evaporation	21676	13830	Juhas	Bain à sec n°: 1 DLU *** du réactif H: 0108	35
Dérivation	2110915	Juh23	Juku3		35 40
Mise en vial	216766	- JURU	5	te Limite d'Utilisation	35

^{*} CO : Code Opérateur - ** BLU : Blanc Urinaire - ***DLU : Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C- Fiche de suivi ANABO et une photocopie est à mettre dans le dossier de

ENREGISTREMENT

Codification: E-PMIX-04

Version: C

Date: 18/07/2006

1/1

DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DU MIX ET RECAL

Mode opératoire de préparation : M-EXMIX-04	Version: B
Préparation n°: CO*, densit	ié, pH du BLU**: 45 d: 1,005 pH: 7
Code du RECAL H: 028	Code du THC-M: 574932-019-10
Code du MIX MS2: 0 6 B Kup Bis	Code du tampon pH 6,5 : O 6 0 6 0 6 - 1 1

Opération	Date	Heure de début	Heure de récupération	Identification du matériel utilisé	CO*+ paraphe
Ajout du SIm 02	206166	ARD		Code du SIm 02: 03/1	€D 35
	2010-106	AR15		Code du tampon pH 11 :	£0 ₃₅
Extraction	20107106	17R30	\$ 3000 \$1000 \$1000	Gilson n°:	€0 35
Evaporation	216766	9ROS	9830	Bain à sec n°: 18	ED 35
Dérivation	2164106	9R 31	9R5-1	DLU *** du réactif H: 02686 Bain à sec n°: 1	€D 35
Mise en vial	24107106	9R51			35

* CO: Code Opérateur

** BLU : Blanc Urinaire

*** DLU : Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-PMIX.

C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN06B_B.M

ontrol Information -----

Sample Inlet : GC Injection Source : GC/ALS Injection Location : ALS Use MS : Yes

6890 GC METHOD ______

Maximum temp: 325 'C. Equilibration time: 0.50 min

Initial temp: 170 'C (On) Initial time: 0.00 min

Ramps: # Rate Final temp Final time 1 3.00 230 0.00 2 30.00 300 4.67

3 0.0(Off) Post temp: 0 'C Post time: 0.00 min Run time: 27.00 min

BACK INLET (UNKNOWN) RONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On) Pressure: 170.0 kPa (On) Split ratio: 10:1

Split flow: 13.2 mL/min Total flow: 17.8 mL/min

Gas saver: Off Gas type: Helium

LUMN 1 Capillary Column Model Number: Agilent 19091Z-008

Max temperature: 325 'C Nominal length: 17.0 m Nominal diameter: 200.00 um

Nominal film thickness: 0.11 um Mode: constant pressure Pressure: 170.0 kPa

Nominal initial flow: 1.3 mL/min Average velocity: 59 cm/sec

Inlet: Front Inlet

Outlet: MSD

Outlet pressure: vacuum

MONT DETECTOR (NO DET)

GNAL 1 Data rate: 20 Hz

Type: test plot Save Data: Off Zero: 0.0 (Off)

Range: 0 Fast Peaks: Off Attenuation: 0

DLUMN COMP 1 (No Detectors Installed)

IERMAL AUX 2 Use: MSD Transfer Line Heater BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

COLUMN 2

(not installed)

Data rate: 20 Hz Type: test plot Save Data: Off Zero: 0.0 (Off) Range: 0

Fast Peaks: Off Attenuation: 0

COLUMN COMP 2 (No Detectors Installed)

USADA 0045

```
Initial temp: 300 'C (On)
  Initial time: 0.00 min
    # Rate Final temp Final time
     1 0.0(Off)
                                    POST RUN
                                       Post Time: 0.00 min
TABLE
                                        Parameter & Setpoint
           Specifier
 Time
                            GC Injector
   Front Injector:
                                  0
       Sample Washes
                                  3
       Sample Pumps
      Injection Volume 2.00 microliters
      Syringe Size
      PreInj Solvent A Washes
     PreInj Solvent B Washes
      PostInj Solvent A Washes
      PostInj Solvent B Washes
                                  0 seconds
      Viscosity Delay
                                Fast
      Plunger Speed
      PreInjection Dwell
                               0.00 minutes
       PostInjection Dwell
                               0.00 minutes
   Back Injector:
) parameters specified
Column 1 Inventory Number : hp
  Column 2 Inventory Number:
                             MS ACQUISITION PARAMETERS
 eneral Information
-----
                       : atune.u
ine File
                       : Scan/SIM
 equistion Mode
: Information
  . -----
                        : 3.00 min
  lvent Delay
                        : False
 . 4 Absolute
                        : 200
 1 Offset
                        : 1964.7
Pasulting EM Voltage
Raw Scan Parameters]
                        : 50.0
  ow Mass
                        : 800.0
 igh Mass
                        : 150
  nreshold
                         : 1
                                A/D Samples
  ample #
  "Sim Parameters]
 ∴ROUP 1
                         : 1
  oup ID
                       : Low
  solution
                        ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( 71.00, 10) (86.00, 10) (100.10, 10)
                        : 86.00
 ot 1 Ion
                                                                  10)
  ns/Dwell In Group
                                                  10) (266.20,
10) (333.30.
                                                                     10)
                         (294.20, 10) (295.20, (348.30, 10) (356.30
                                    10) (223.20,
                                                                     10)
                                                                    10)
                                                     10) (369.30,
                                                             USADA 0046
```

Description:

, - , ;; t

```
10) (377.30,
                                                                                                                                                                                       10)
                                                                                                10) (372.30,
                                                                 (371.30,
                                                                                                                                                                                       10)
                                                                                                                                           10) (440.40,
                                                                                                 10) (426.40,
                                                                 (392.30,
                                                                 (441.40,
                                                                                                 10)
    ROUP 2
                                                               : 2
    roup ID
                                                          : Low
esolution
                                                              : 4.00
   roup Start Time
                                                                : 86.00
                                                              ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
     lot 1 Ion
                                                                (86.00, 10) (178.10, 10) (266.20, (300.30, 10) (333.30, 10) (335.30, (348.30, 10) (369.30, 10) (371.30, (372.30, 10) (440.40, 10) (441.40,
    ons/Dwell In Group
                                                                                                                                                                                      10)
    ROUP 3
                                                                : 3
  oup ID
                                                                  : Low
    solution
                                                                 : 5.00
 oup Start Time
                                                                  : 86.00
                                                               ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)

      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Mass, Dwell)
      ( Dwell)
      <td
      ons/Dwell In Group
 `. <sub>'</sub>.
  ROUP 4
                                                                   : 4
     coup ID
                                                                    : Low
  esolution
                                                                   : 10.00
 Ooup Start Time
                                                                    : 86.00
                                                                    ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                                                    (86.00, 10) (143.10, 10) (194.10, (235.20, 10) (272.20, 10) (358.30, (362.30, 10) (405.40, 10) (417.40, (420.40, 10) (422.40, 10) (432.40, (436.40, 10) (448.40, 10) (491.40, (505.50, 10) (520.50, 10)
     ns/Dwell In Group
                                                                                                                                                                                             10)
      1.50
                                                                                                                                                                                             10)
   ROUP 5
                                                                  : 5
      esolution
                                                                 : Low
: 11.50
       coup Start Time
                                                                   : 169.10
                                                                    ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                                                    ( mass, Dwell) ( mass, Dwell) ( Mass, (169.10, 10) (225.20, 10) (241.20, (275.20, 10) (315.30, 10) (329.30, (341.30, 10) (405.40, 10) (417.40, (419.40, 10) (420.40, 10) (422.40, (431.40, 10) (432.40, 10) (433.40, (434.40, 10) (438.40, 10) (446.40, (448.40, 10)
   ons/Dwell In Group
                                                                                                                                                                                       10)
                                                                                                                                                                                              10)
                                                                                                                                                                                             10)
     1.33
                                                                                                                                                                                             10)
       . . .
                                                                                                                                                                                            10)
        100
        44
                                                                                                                                                                                             10)
    i_{i,A}
                                                                                                       10)
                                                                       (448.40,
        <u>.</u>..
   OUP 6
                                                                   : 6
       oup ID
      solution
                                                                    : Low
                                                                   : 13.00
       coup Start Time
                                                                   : 91.00
    ot 1 Ion
                                                                      ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                                                      ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, ( 91.00, 10) (144.10, 10) (169.10, (194.10, 10) (209.20, 10) (220.20, (225.20, 10) (241.20, 10) (270.20, (275.20, 10) (310.30, 10) (315.30, (326.30, 10) (329.30, 10) (341.30, (343.30, 10) (345.30, 10) (353.30, (393.30, 10) (395.30, 10) (405.40, 10) (417.40, 10) (419.40, 10) (431.40, IISAD
         ons/Dwell In Group
                                                                                                                                                                                              10)
                                                                                                                                                                                                  10)
                                                                                                                                                                                                  10)
       10.
                                                                                                                                                                         USADA 0047
```

```
10) (433.40,
                         (432.40,
                                                                         10)
                                                       10) (446.40,
                                      10) (443.40,
                         (435.40,
                                                                         10)
                                                       10) (485.40,
                                      10) (482.40,
                         (448.40,
 COUP 7
                         : 7
oup ID
                         : Low
solution
                         : 14.00
oup Start Time
                         : 130.10
                                   Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
bt 1 Ion
ons/Dwell In Group
                         ( Mass,
                                                                          10)
                                                        10) (194.10,
                                      10) (130.10,
                          (129.10,
                                                                          10)
                                                        10) (209.20,
                                       10) (208.20,
                          (206.20,
                                                                          10)
5
                                                        10) (234.20,
                                       10) (221.20,
                          (220.20,
                                                                          10)
f_{1,2} \approx
                                                        10) (307.30,
                                       10) (275.20,
                          (270.20,
                                                                          10)
                                                        10) (339.30,
                                       10) (326.30,
                          (322.30,
                                                                          10)
                                                        10) (345.30,
                                       10) (343.30,
                          (341.30,
                                                                          10)
                                                         10) (368.30,
                                       10) (360.30,
                          (353.30,
                                                                          10)
                                                         10) (415.40,
                                       10) (413.40,
                          (412.40,
                                                         10) (430.40,
                                                                          10)
                                       10) (428.40,
                          (417.40,
                                                         10) (433.40,
                                                                           10)
                                       10) (432.40,
                          (431.40,
                                                                           10)
                                                         10) (437.70,
                                        10) (435.40,
                          (434.40,
                                                                           10)
                                                         10) (446.40,
                                        10) (444.40,
                          (443.40,
                                                                           10)
                                                         10) (485.40,
                                        10) (452.40,
                          (448.40,
SOUP 8
                          : 8
  Toup ID
                          : Low
solution
                          : 15.00
 oup Start Time
                           : 130.10
                           ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                       Dwell)
 tot 1 Ion
ons/Dwell In Group
                                                                           10)
                                                       10) (143.10,
                                    10) (130.10,
                           (129.10,
                                                                            10)
                                                        10) (206.20,
                                        10) (195.10,
                           (157.10,
                                                                            10)
                                                        10) (270.20,
                                       10) (234.20,
                           (208.20,
                                                        10) (331.30,
                                                                            10)
                                        10) (301.30,
                           (284.20,
                                                                            10)
                                                         10) (415.40,
                                        10) (360.30,
                           (343.30,
                                                                            10)
                                                        10) (430.40,
                                        10) (421.40,
                           (417.40,
                                                          10) (437.40,
                                                                            10)
                                        10) (432.40,
                           (431.40,
                                                          10) (449.40,
                                                                            10)
                                        10) (448.40,
                           (446.40,
                                     10) (452.40,
                                                          10) (466.40,
                                                                            10)
                           (451.40,
                                                          10)
                                        10) (522.50,
                           (468.40,
  ROUP 9
                           : 9
 oup ID
                           : Low
  solution
                           : 16.50
 Froup Start Time
                           : 246.20
                            ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                          Dwell)
  ot 1 Ion
                                        10) (301.30, 10) (355.30,
  ans/Dwell In Group
                            (246.20,
                                                                             10)
                                                           10) (424.40,
                                         10) (393.30,
                            (371.30,
                                                                             10)
                                                           10) (441.40,
                                         10) (439.40, 10) (441.40, 10) (446.40, 10) (473.40, 10) (488.40, 10)
                            (431.40,
                                                                             10)
                            (445.40,
                                                                             10)
                            (460.40,
                                                           10)
                                          10) (522.50,
                            (507.20,
  12.1
   ROUP 10
                            : 10
 coup ID
                            : Low
  coup Start Time
                            : 17.40
                                       Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                             : 117.10
 lot 1 Ion
                            ( Mass,
    ons/Dwell In Group
                                                           10) (267.20,
                                                                              10)
                                          10) (205.20,
                             (117.10,
                                                                              10)
                                                            10) (301.30,
                                          10) (282.20,
                             (279.20,
                                                                              10)
  lag
                                                            10) (371.30,
                                          10) (355.30,
                             (319.30,
                                                                              10)
                                                            10) (445.40,
   * 1
                                          10) (441.40,
                             (413.40,
                                                                              10)
                                                            10) (473.40,
   \frac{1}{2} \leq
                                          10) (460.40,
                             (456.40,
                                                                              10)
                                                            10) (501.50,
                                          10) (489.40,
                             (488.40,
                                                                              10)
                                                           10) (516.50,
                                          10) (504.50,
  1 14
                             (503.50,
                                          10)
                             (518.50,
   1 ROUP 11
                            : 11
    coup ID
                             : Low
    esolution
```

10) (434.40,

TOI

```
: 18.50
roup Start Time
                         : 143.10
                                   Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
lot 1 Ion
                                                                      Dwell)
                         ( Mass,
ons/Dwell In Group
                                                       10) (143.10,
                                      10) (72.00,
                         (58.00,
                                                                         10)
                                                       10) (319.30,
                                      10) (307.30,
                         (294.20,
                                                       10) (393.30,
                                                                         10)
                                      10) (387.30,
                         (335.30,
                                                                         10)
                                                       10) (429.40,
                                      10) (405.40,
                          (402.40,
                                                       10) (433.40,
                                                                         10)
                                      10) (431.40,
                          (430.40,
                                                                         10)
                                                       10) (462.40,
                                      10) (454.40,
                          (445.40,
                                                                         10)
                                                       10) (503.50,
                                      10) (470.40,
                          (469.40,
                                                        10) (517.50,
                                                                         10)
                                      10) (507.50,
                          (505.50,
                                                                         10)
                                      10) (520.50,
                                                       10) (522.50,
                          (518.50,
                                                       10) (627.60,
                                                                         10)
                                      10) (552.50,
                          (532.50,
 ROUP 12
                         : 12
...oup ID
                          : Low
solution
                          : 20.00
 oup Start Time
                          : 143.10
lot 1 Ion
                                   Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                      Dwell)
                          ( Mass,
'ons/Dwell In Group
                                                        10) (143.10,
                                       10) (72.00,
                          (58.00,
A_{i}=
                                                        10) (308.30,
                                                                          10)
                                       10) (301.30,
                          (294.20,
                                                        10) (349.30,
 1
                                       10) (343.30,
                          (322.30,
                                                                          10)
                                                        10) (387.30,
                                       10) (383.30,
                          (370.30,
                                                                          10)
                                                        10) (403.40,
                                       10) (402.40,
                          (393.30,
                                                                          10)
                                                        10) (460.40,
                                       10) (422.40,
                          (405.40,
                                                                          10)
                                                        10) (489.40,
                                       10) (484.40,
                          (462.40,
                                                                          10)
1.
                                                         10) (517.50,
                                       10) (512.50,
                          (507.50,
                                                                          10)
                                                         10) (532.50,
                                       10) (522.50,
                          (519.50,
                                                      10) (543.50,
                                                                          10)
                                       10) (536.50,
10) (552.50,
                           (534.50,
                                                         10) (558.50,
                           (545.50,
 COUP 13
                          : 13
oup ID
solution
                          : Low
                          : 21.00
 coup Start Time
                          : 58.00
                                    Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                        Dwell)
                          ( Mass,
 Cons/Dwell In Group
                                                     10) (143.10,
                                                                           10)
                                        10) ( 72.00,
                           (58.00,
                                                                           10)
                                                         10) (308.30,
                                        10) (301.30,
                           (243.20,
                                                         10) (334.30,
                                                                           10)
                                        10) (322.30,
                           (315.30,
                                                         10) (370.30,
                                                                           10)
                                        10) (349.30,
                           (335.30,
                                                         10) (424.40,
                                                                           10)
                                        10) (403.40,
                           (383.30,
                                                         10) (460.40,
                                                                           10)
                                        10) (440.40,
                           (425.40,
                                                          10) (489.40,
                                                                           10)
                                        10) (484.40,
                           (462.40,
                                                                           10)
                                                          10) (536.50,
                                        10) (534.50,
                           (519.50,
                                                                           10)
                                                          10) (548.50,
                                        10) (545.50,
                           (543.50,
                                                          10) (558.50,
                                                                           10)
                                        10) (552.50,
                           (550.50,
 ROUP 14
                         . 14
  oup ID
                           : Low
 solution
                           : 21.50
  coup Start Time
                           : 58.00
  tot 1 Ion
                                     Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                         Dwell)
                           ( Mass,
  ns/Dwell In Group
                                                       10) (86.00,
                                                                            10)
                                        10) (72.00,
                            (58.00,
                                                                            10)
                                                          10) (243.20,
                                         10) (143.10,
                            (100.10,
                                                          10) (334.30,
                                                                            10)
                                         10) (315.30,
                            (308.30,
                                                                            10)
                                                          10) (425.40,
                                         10) (424.40,
                            (335.30,
                                                          10) (489.40,
                                                                            10)
                                         10) (460.40,
                            (440.40,
                                                                            10)
                                                          10) (550.50,
                                         10) (548.50,
                            (493.40,
                                         10)
                            (636.60,
   ROUP 15
                            : 15
  coup ID
                            : Low
  solution
                            : 22.30
  ...oup Start Time
                            : 254.20
   Lot 1 Ion
                                      Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                         Dwell)
                           ( Mass,
  ens/Dwell In Group
                                                                             10)
                                                        10) (254.20,
                                      10) (100.10,
                            (86.00,
  15.5
                                                                             10)
                                                           10) (369.30,
                                         10) (368.30,
                            (262.20,
  10) (468.40,
                                                                             10)
                                         10) (450.40,
                            (396.30,
                                                                        USADA 0049
  13.3
```

L

(493.40, (527.50, (560.50, (632.60,	10) (506.50, 10) (545.50, 10) (572.50, 10) (636.60,	10) (524.50, 10) 10) (554.50, 10) 10) (616.60, 10)
: 150 C : 230 C	maximum 200 C maximum 250 C	

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

TUNE PARAMETERS for SN: US10340332

EMISSION :
ENERGY :
CREPELLER :
CONFOCUS : 34.610 69.922 34.814 90.157 9.500 ENTRANCE_LE : 1764.706 1829.000 AMUGAIN :
MUOFFSET :
TIAMENT :
DCPOLARITY : 136.000 2.000 0.000 17.318 ENTLENSOFFS : -179.000 MASSGAIN : MASSOFFSET : -12.000

::SZones]

S Quad S Source

END OF TUNE PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D

Data File Path C:\MSD18\JUILLET06\2107\
Data File Name 21blu01.D
Operator m37p35
Acq. Method File MAN06B_B.M
Sample Name 2107 blu 2107 H1

Misc Info Vial Number 3

Instrument Name GC MSD

Calibration Title Calibration des stéroides endogènes

Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006

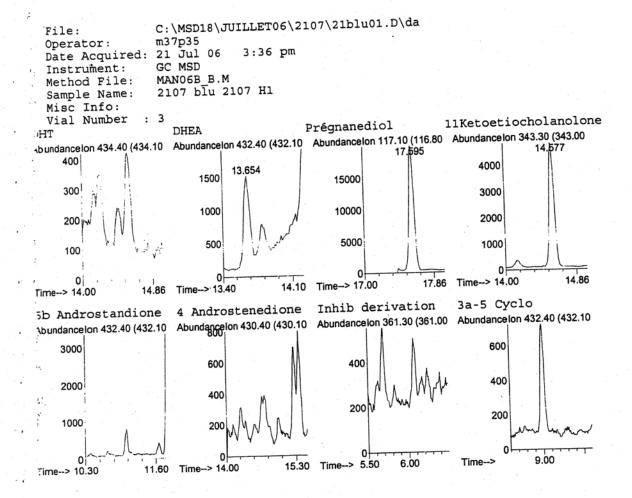
Fichier recal utilise 21rcl03.D

Date:92.1.0 Opérateur:8	7106	
C[]	HC[]	7,
Résultats :	Négatif A vérifier	[]
Remarques :	E	
		'

			Cimpal	Name	Target Response	Amount	Units
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Methyltestosterone	1,788,970	200	ng/ml
- 1)	*ISTD	17.00	301.3	Andro -D4 gluc	453,060	798	ng/ml
2)		12.14	438.4		1,030,764	194	ng/ml
3)		4.13	372.3	Salbutamol -D3	3,875,172	710	ng/ml
4)		12.20	434.4	Androsterone	2,128,068	381	ng/ml
5)		12.42	434.4	Etiocholanolone	2,120,000	0	ng/ml
6)		0.00	241.2	5a3a diol	•	23	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	67,799	0	ng/ml
8)		0.00	117.1	Pregnanediol	0	0	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0		_
10)		13.65	432.4	DHEA	50,289	10	ng/ml
		14.22	432.4	Epitestosterone	115,169	9	ng/ml
11)		15.10	432.4	Testosterone	118,839	8	ng/ml
12)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
13)		0.00	369.3	Salbutamol	- O	-45	ng/ml
14)		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	223,951	43	ng/ml
15)			548.5	THS	181,600	14	ng/ml
16)		21.29	636.6	THF	4,385,482	355	ng/ml
17)		22.04		Cortisol	0	0 ·	ng/ml
18)		0.00	632.6	11 Ketoetiocholanonlone	205,105	49	ng/ml
19)		14.58	343.3	3a-5C	1,445		ng/ml
20)		10.15	432.4	38-30	.,		-

	[Surface]	[concentration]	Valeurs convention de rejet	nnelles
 	25.0	,		< 19.1
Ad4 glu / Si *100	25.3		Rapport	> 4
T / ET	1.0	8.5	Concentration	> 200
Testosterone			Concentration	> 200
Epitestosterone		9.2	Concentration	> 10000
Androsterone		710	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		381	1	> 200
DHEA		10	Concentration	> 20
 DHT		0	Concentration	
Andro / Etio			Rapport	> 3
5a3a / 5b3a diol			Rapport	> 2
		0.0	Concentration	> 15
THC -M	•	-45.0	Concentration	> 75
 Salb/Salb D3 * 100		0.0		, ,
Cortisol / THS	1	25.8		
THF / THS	1		Pour info (R&D)
11 bOH etio / THS		3.1	Four fine (Nas	<u>'</u>
THE		355		
SI/3a50	1237.8			

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D\da File: Operator: m37p35 Date Acquired: 21 Jul 06 3:36 pm Instrument: GC MSD MAN06B_B.M Method File: 2107 blu 2107 H1 Sample Name: Misc Info: Vial Number Methyltestosterone Andro -D4 gluc Abundanceion 438.40 (438.10 to Abundanceion 301.30 (301.00 to TIC: 21blu01.D\datasim.ms 12/138 40000 8000 300000 30000 6000 20000 200000 4000 10000 100000 2000 17.00 Time--> 16.00 12.00 Time--> 11.50 25.00 15.00 20.00 10.00 5.00 Andro-Etio di TMS Andro-Etio mono TMS Cortisol D4 Salbutamol -D3 Abundancelon 372.30 (372.00 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundancelon 434.40 (434.10 Abundancelon 272.20 (271.90 4.130 800 80000 40000 600 400 12.423 60000 30000 400 40000 20000 200 200 20000 10000 11.30 12.87 Time--> 10.00 Time--> 12.00 Time--> 22.50 23.37 4.50 4.00 :a3a-5b3a Diol pi 5b < trait : IRMS Epitestostérone - Testostérone THC -M bundancelon 241.20 (240.90 Abundancelon 432.40 (432.10 to 433.10): 21blu01.D\datasim.ms Abundancelon 371.30 (371.00 12.767 200 14.218 1500 2000 150 1000 100 1000 50 500 13.17 Time--> 14.00 14.20 14.40 14.60 14.80 15.00 15.20 15.40 Time--> 17.00 17.86 fime--> 12.30 11 BOH A/E THS THF Cortisol bundancelon 632.60 (632.30 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundancelon 548.50 (548.20 Abundancelon 522.50 (522.20 8000 22.016 300000 30000 6000 4000 200000 20000 4000 2000 10000 100000 2000 15.833 o h 16.17 21.86 Time--> 15.30 22.37 Time-> 21.00 Time--> 21.50 ime--> 22.50 23.37 Page 1/16



Page 2/16

C:\MSD18\juillet06\2107\21h08.D

Data File Path c:\msp18\juillet06\2107\
Data File Name 21h08.D
Operator m37p35
Acq. Method File MAN06B_B.M
Sample Name 178/07 995474 H
Misc Info

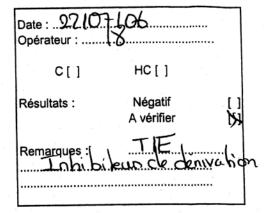
Vial Number 11

Instrument Name GC MSD

Calibration Title Calibration des stéroides endogènes

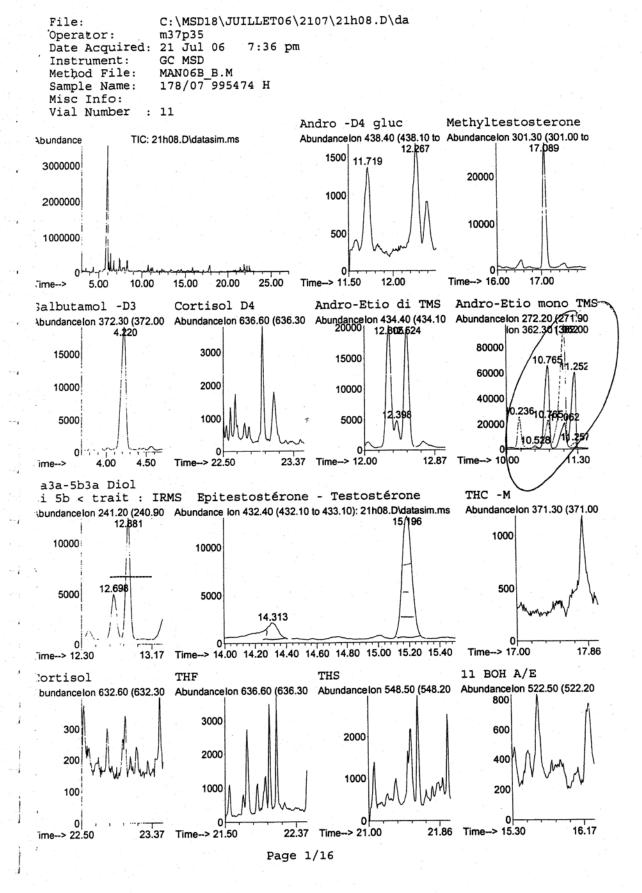
Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006

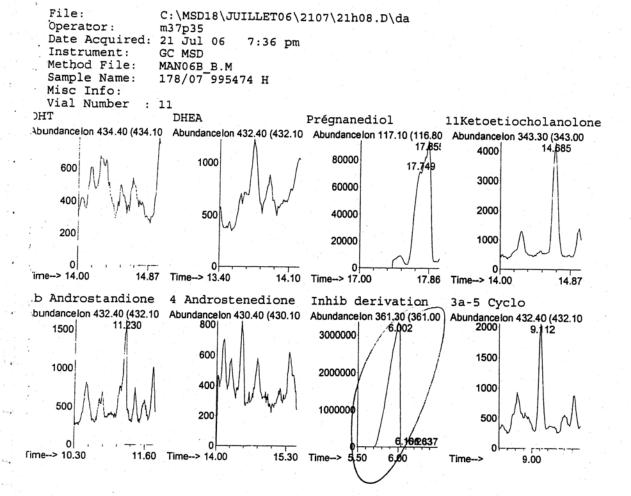
Fichier recal utilise 21rcl03.D



#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
ر " " 1)	*ISTD	17.09	301.3	Methyltestosterone	1,209,250	200	ng/ml
2)	10.15	12.27	438.4	Andro -D4 gluc	62,604	163	ng/ml
3)		4.22	372.3	Salbutamol -D3	814,633	226	ng/ml
4)		12.30	434.4	Androsterone	846,467	230	ng/ml
5)		12.52	434.4	Etiocholanolone	813,037	215	ng/ml
6)		12.70	241.2	5a3a diol	197,002	96	ng/ml
7)		12.88	241.2	5b3a diol	439,619	224	ng/ml
8)		17.85	117.1	Pregnanediol	10,142,344	1316	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		0.00	432.4	DHEA	. 0	0	ng/ml
11)		14.30	432.4	Epitestosterone	116,467	14	ng/mi
12)		15.20	432.4	Testosterone	575,745	61	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	ng/ml
15)		0.00	522.5	11 bOH Etiocholanolone	0	0	ng/ml
16)		0.00	548.5	THS	0	0	ng/ml
17)		0.00	636.6	THE	0	0	ng/ml
18)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
19)		14.68	343.3	11 Ketoetiocholanonlone	183,640	65	ng/ml
20)		10.25	432.4	3a-5C	23,035		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventio de rejet	
Ad4 glu / Si *100	5.2			< 19.1
T/ET	4.9		Rapport	> 4
Testosterone		60.6	Concentration	> 200
Epitestosterone	1, 1	13.7	Concentration	> 200
Androsterone		230	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		215	Concentration	> 10000
DHEA	1 I	0	Concentration	> 200
DHT		0	Concentration	> 20
Andro / Etio	1.0		Rapport	> 3
5a3a / 5b3a diol	1		Rapport	> 2
THC -M		0.0	Concentration	> 15
Salb/Salb D3 * 100	1	-45.0	Concentration	> 75
Cortisol / THS		#DIV/0!		
THF / THS		#DIV/0!		
11 bOH etio / THS	1 1	#DIV/0!	Pour info (R&D) '
THF		0		
SI/3a5c	l 1			





Page 2/16

D:\msd19\juil07\2507\17807474.D

Data File Path D:\msd19\jull07\2507\
Data File Name 17807474.D
Operator M45P35
Acq. Method File MAN06B_B.M
Sample Name 178/07 995474 H
Misc Info

Vial Number 2
Instrument Name MSD 19

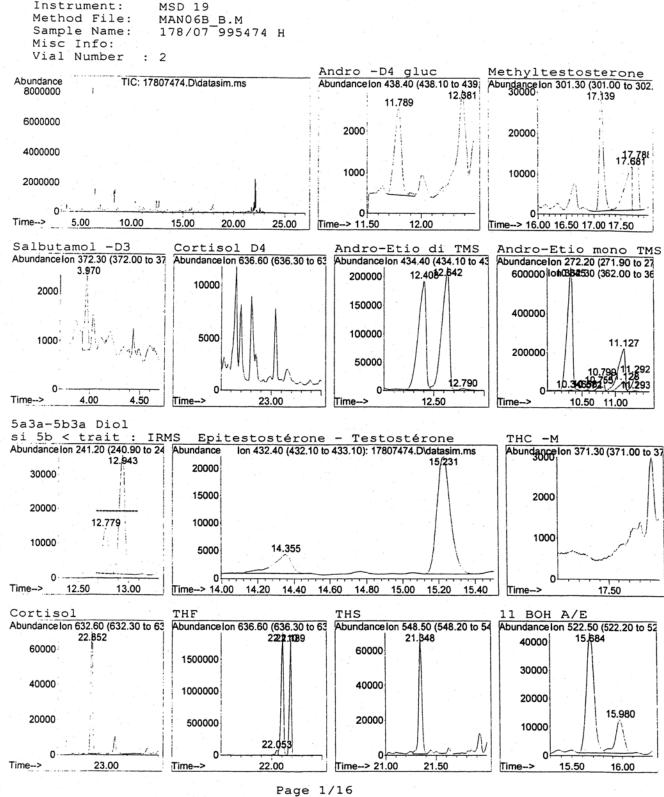
Calibration Title Calibration des stéroides endogènes Last Calibration Update Tue Jul 25 15:15:32 2006

Fichier recal utilise 25rcl01.D

Date:		
C[]	HC[]	
Résultats :	Négatif A vérifier	[·]
Remarques:	reinjech	

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.14	301.3	Methyltestosterone	1,731,969	100	ng/ml
2)		12.38	438.4	Andro -D4 gluc	104,768	170	ng/ml
3)		0.00	372.3	Salbutamol -D3	0	0	ng/ml
4)		12.41	434.4	Androsterone	9,973,015	1658	ng/ml
5)		12.64	434.4	Etiocholanolone	11,119,071	1639	ng/ml
6)		12.78	241.2	5a3a diol	524,770	97	ng/ml
7)		12.94	241.2	5b3a diol	1,240,694	227	ng/ml
8)		17.79	117.1	Pregnanediol	19,393,646	487	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.81	432.4	DHEA	151,077	21	ng/ml
11)		14.35	432.4	Epitestosterone	214,591	- 11	ng/ml
12)		15.23	432.4	Testosterone	1,093,773	50	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0 0	#DIV/0!	ng/ml
15)		15.98	522.5	11 bOH Etiocholanolone	554,334	130	ng/ml
16)		21.35	548.5	THS	1,376,986	. 88	ng/ml
17)		22.11	636.6	THF	32,301,427	2915	ng/ml
18)		22.85	632.6	Cortisol	1,008,236	143	ng/ml
19)		14.73	343.3	11 Ketoetiocholanonlone	2,541,956	309	ng/ml
20)		0.00	241.2	3a-5C	0		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelle de rejet	
Ad4 glu / Si *100	6.0			< 12.9
T/ET	5.1		Rapport	> 4
Testosterone		49.7	Concentration	> 200
Epitesto	,	11.1	Concentration	> 200
Androsterone		1,658	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		1,639	Concentration	> 10000
DHEA		20.6	Concentration	> 200
DHT		0.0	Concentration	> 20
Andro / Etio	0.9		Rapport	> 3
5a3a / 5b3a diol	0.4		Rapport	> 2
THC -M		0.0	Concentration	> 15
Salb/Salb D3 * 100	#DIV/0!	#DIV/0!	Concentration	> 75
Cortisol / THS		1.6		
THF / THS	*	33.1		
11 bOH etio / THS		1.5	Pour info (R&D)	
THF		2915		
SI/3a5c	#DIV/0!			

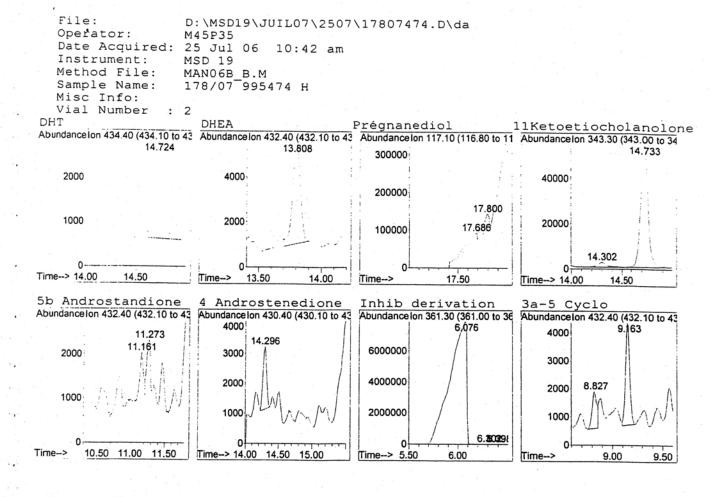


D:\MSD19\JUIL07\2507\17807474.D\da

File:

Operator:

M45P35 Date Acquired: 25 Jul 06 10:42 am



Page 2/16

106 77 577 27 ENTED 15 42

Data File Path C:\MSD18\JUILLET06\2107\ Data File Name 21rcl03.D Operator

Acq. Method File MAN06B_B.M Sample Name 2107 rcl 028 2007 H1 Misc Info

Vial Number 1

Instrument Name GC MSD

Calibration Title Calibration des stéroides endogènes

Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006

Fichier recal utilise 21rcl03.D

Date : 21116 Opérateur :3	,6 1	····
c[]	HC[]	
Résultats :	Négatif A vérifier	[]
Remarques :		
RCT CON E	oene avec s	A 96

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Unité
1)	*ISTD	16.99	301.3	Methyltestosterone	1,587,292	200	Units
2)		12.21	438.4	Andro -D4 gluc	62,992	125	ng/ml
3)		4.08	372.3	Salbutamol -D3	472,321	100	ng/ml
4)		12.22	434.4	Androsterone	9,682,254	2000	ng/ml
5)		12.47	434.4	Etiocholanolone	9,908,352	2000	ng/ml
6)		12.61	241.2	5a3a diol	268,022	100	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	257,498	100	ng/ml
8)		17.60	117.1	Pregnanediol	4,046,186	400	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	457,571	100	ng/ml
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	446,439	40	ng/ml
12)		15.10	432.4	Testosterone	498,991	40	ng/ml
13)		17.36	371.3	THC -M	49,013		ng/ml
14)		4.10	369.3	Salbutamol	443,177	15	ng/ml
15)		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	923,980	94	ng/ml
16)		21.29	548.5	THS	585,640	200 · 50 .	ng/ml
17)		22.04	636.6	THF	16,444,095	1500	ng/ml
18)		22.80	632.6	Cortisol	473,452	50	ng/mi
19)		14.57	343.3	11 Ketoetiocholanonlone	369,571		ng/ml
20)		0.00	432.4	3a-5C	0	100	ng/ml
				22 30	0		ng/ml

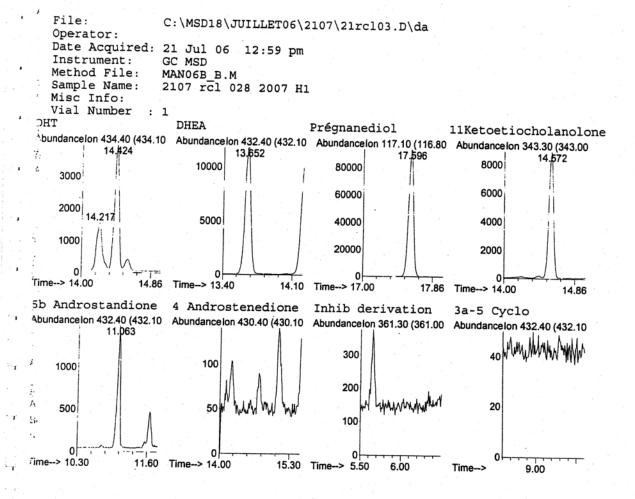
	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventionnelle de rejet	
Ad4 glu / Si *100	4.0			< 19.1
T/ET	1,1		Rapport	>4
Testosterone		40.0	Concentration	> 200
Epitestosterone		40.0	Concentration	> 200
Androsterone		2,000	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		2,000	Concentration	> 10000
DHEA		100	Concentration	> 200
DHT		0	Concentration	> 20
Andro / Etio	1.0		Rapport	> 3
5a3a / 5b3a diol	1.0		Rapport	> 2
THC -M		15.0	Concentration	> 15
Salb/Salb D3 * 100	94	93.9	Concentration	> 75
Cortisol / THS	· .	1.0		
THF / THS		30.0		
11 bOH etio / THS	,	4.0	Pour info (R&D)	
THF		1500	1	
SI/3a5c	#DIV/0!		·	

,不是以上的是是不是的。 1. 不是以上的是是是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,我们就是一种的,

Operator: Date Acquired: 21 Jul 06 12:59 pm Instrument: GC MSD Method File: MAN06B B.M Sample Name: 2107 rcl 028 2007 H1 Misc Info: Vial Number : 1 Andro -D4 gluc Methyltestosterone Abundancelon 438.40 (438.10 to Abundancelon 301.30 (301.00 to Abundance TIC: 21rcl03.D\datasim.ms 12.213 16.991 1000000 30000 1000 20000 500000 500 10000 10.00 5.00 15.00 25.00 20.00 Time--> 11.50 12.00 Time--> 16.00 17.00 Calbutamol -D3 Cortisol D4 Andro-Etio di TMS Andro-Etio mono TMS bundancelon 372.30 (372.00 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundancelon 434.40 (434.10 Abundancelon 272.20 (271.90 4.082 200000 12.212.471 20000 lon 362.30 (355600 1000 1500 15000 150000 1000 10000 100000 500 500 5000 50000 Time--> 4.00 4.50 Time-> 22.50 23.37 Time--> 12.00 12.87 Time-10.00 11.30 5a3a-5b3a Diol si 5b < trait : IRMS Epitestostérone - Testostérone THC -M \bundancelon 241.20 (240.90 Abundancelon 432.40 (432.10 to 433.10): 21rcl03.D\datasim.ms Abundancelon 371.30 (371.00 80001 12.69.769 14.215 10000 1000 6000 4000 5000 500 2000 0 ime-> 12.30 13.17 Time--> 14.00 14.20 14.40 14.60 14.80 15.00 15.20 15.40 Time--> 17.00 17.86 THF THS 11 BOH A/E Abundancelon 632.60 (632.30 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundancelon 548.50 (548.20 Abundancelon 522.50 (522.20 40000) 15 546 22.041 15.546 1000000 30000 30000 30000 20000 20000 15.829 20000 500000 10000 10000 10000 me--> 22.50 23.37 Time--> 21.50 22.37 Time--> 21.00 21.86 Time-> 15.30 16.17 Page 1/16

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rcl03.D\da

File:



Page 2/16

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

Numéro d'identification de l'appareil: MSD 18

Date: 21/7/06.

1 - Source a romsacion	- Source d'ionisati	nn
------------------------	---------------------	----

MSD

Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire

Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3%

Repeller < 35

Polaris

Ion time > 2 ms

Oui Non
X
X
X

Observations:

2 - Etanché	<u>ité</u>	du	SYS	<u>tèm</u>	e

MSD

18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),

44/69 (CO2) < 10%

Polaris

Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

7

Oui Non

Observations:

3 - Sensibilité

Screening

Recal / Mix conforme

Conf

TP conforme - Fichier:

TP conforme – Fichier:

TP conforme - Fichier:

TP conforme - Fichier:

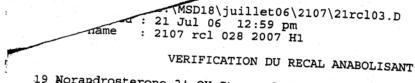
TP conforme - Fichier:

Oui Non
Orlocme

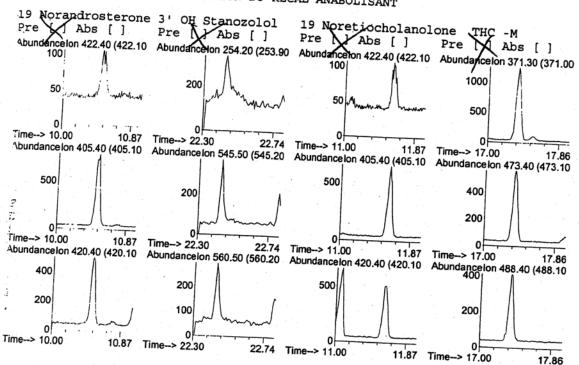
Observations:

Code opérateur et paraphe : 37 polatola

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil



1



Fri Jul 21 10:50:37 2006 Instrument: GC MSD C:\MSDCHEM\1\5973N\atune.u Mass 69.10 Mass 219.00 Mass 502.10 Ab 402237 Ab 353944 Ion Pol POS MassGain Ab 70474 -188 Pw50 0.61 Pw50 0.60 Pw50 0.59 MassOffs -11 Emission 34.6 AmuGain 1830 EIEnrgy 69.9 AmuOffs 135 Filament 2 Wid219 -0.038 DC Pol POS Repeller 34.81 IonFcus 90.2 HEDEnab ON 9.5 EMVolts EntLens 1718 EntOffs 18.32 Samples 8 PFTBA OPEN Averages 3 Stepsize 0.10 Zones: MS Source 230 Foreline 72 MS Quad 150 66 71 216 221 500 505 Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10 137 peaks Base: 69.00 Abundance: 387776 100 80 60 40 20 100 200 300 400 500 600 Mass Abund Rel Abund Iso Mass Iso Abund Iso Ratio 69.00 100.00 387776 70.00 4355 1.12 219.00 341120 87.97 220.00 14592 4.28 502.00 67320 17.36 503.00 6523 9.69 Air/Water Check: H20~0.95%/ N2~3.61% O2~1.00% CO2~0.18% N2/H2O~380.57% Column Flow: Front: 1.324 Back: 0 ml/min. Interface Temp: 300

Ramp Criteria:

7

-7

T

Ion Focus Maximum 90 volts using ion 502; EM Gain 80957

Repeller Maximum 35 volts using ion 219;

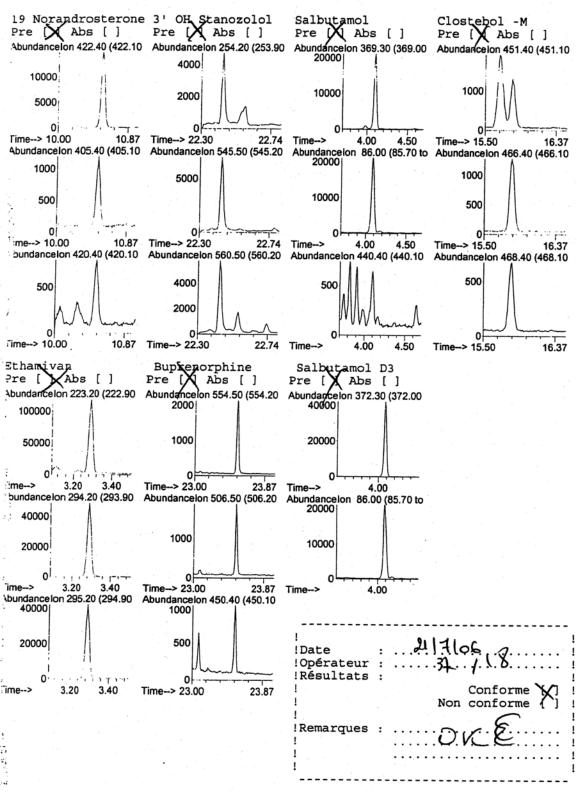
MassGain Values @Samples: -187@3 -179@2 -171@1 -157@0 -113@FS

	TARGET MASS:					414	502	800
_ 1	Amu Offset:	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0	135.0
Entrance	Lens Offset:	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3	18.3	18 3

: C:\MSD18\juillet06\2107\21cq01.D

Date Acquired : 21 Jul 06 3:06 pm Sample name : 2107 cq 028c 2107 H1

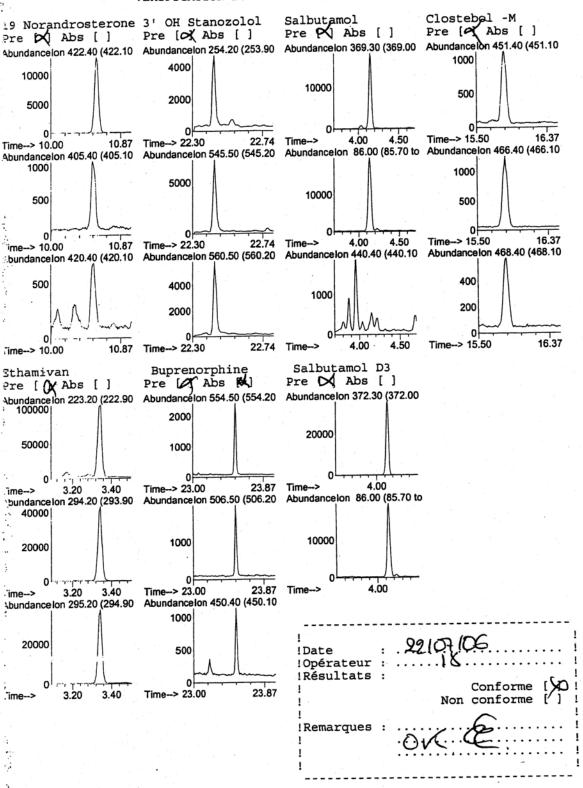
VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



1

٦

VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



LNDD		ENREG	Version:	E-FSR-01 G 22/03/2005		
	FICHE D'ANA	LYSE / RESUL	TAT DEPISTAGE	RAPIDE CG/SM,		
Echantillon	: , , , , , , , , , , , , , , , ,	178/07 99547	4			
Produit susp	ecté: E	Testosterone				
Tolérance in	nterne sur le tr et le		+/-1% (si trr < 0,6)	ou +/-0,5% (si trr	> 0,6)	
Plage > 50% 25 - 50 < 25%	0%	Tolérance CG +/- 50% (en rela +/- 50% (en rela +/- 50% (en rel	ntif)	Tolérance CL +/- 15% (en absolu +/- 25% (en relatif +/- 10% (en absolu n suffit.	f)	
	Echantillon		Référence intrajour	r	Référence	e interjour
Fichier:	21H08		21rcl03			. '
			Tolérance haute	Tolérance basse	Tolérance has	
tr	14,300 min	14,220 min	14,149 min	14,291 min	min	mir
tr SI	17,090 min	16,990 min				
trr	0,837	0,837	0,833	0,841		
М1	100,0 %	100,0 %	and the second of the second o			The same property and the same and the
M2						
М3						
Les toléranc	es sont calculées p	ar rapport à la ré	férence			
Concordanc	e des tr :		Oui		Non	
Concordanc	e des trr :		Oui	\square	Non	
Concordanc	e globale des abon	dances relatives	Oui		Non	
Paraphe et c	code opérateur :	18€				
		Par	tie à remplir par le r	responsable		
A confirmer	·:		Oui	(d)	Non	
Paraphe du	responsable:	£ 1				
Observation	s:					

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série (si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

Ĭ

LNDD	FICHE DIANA	ENREG	RAPIDE CG/SM, (Version : Date	E-FSR-01 G 22/03/2005					
Echantillon		178/07 99547		DE COISIN,	OGITOD ET OUIC					
Produit suspecté: Testosterone										
Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6)										
Tolérances in Plage d > 50% 25 - 50° < 25%	iternes sur les abo l'abondance	ndances relatives Tolérance CG +/- 50% (en rela +/- 50% (en rela +/- 50% (en rel	en intrajour : atif)	Tolérance CL +/- 15% (en absolu +/- 25% (en relatif +/- 10% (en absolu	ı) ')					
	Echantillon	, ,	Référence intrajour		Référence	interjour				
Fichier:	21H08	,	21rcl03							
Shows and the second	Talania (1) is its a second his		Tolérance basse Tolérance haute		Tolérance basse	Tolérance haute				
tr	15,200 min	15,100 min	15,025 min 15,176 min		min	min				
tr SI	17,090 min	16,990 min								
trr	0,889	0,889	0,884	0,893						
M1	100,0 %	100,0 %								
M2										
М3										
Les tolérance	s sont calculées p	ar rapport à la ré	férence							
Concordance	des tr :		Oui		Non	α				
Concordance	des trr :		Oui	d	Non					
Concordance globale des abondances relatives : Oui Non										
Paraphe et code opérateur : 186										
		Par	rtie à remplir par le 1	responsable						
A confirmer	:		Oui	A	Non					
Paraphe du re	esponsable:	6								
Observations										

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série (si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.3 Second analysis for confirmation of T/E ratio

LNDD CONFIDENTIEL **ENREGISTREMENT** (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006 1/3

SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE ASSURANCE QUALITE

LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Methylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
l'Amphétamine et de la					Co. Quan (DOI III)
Methylamphétamine					
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA: Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines		I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA:	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Ephedrines		,			GO, Cana (BENIA)
Betabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC00A	I-CONF-09A	lette with Sporthological and America		
Etilefrine		I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Hydromorphone	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
THC-M	EC25	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Cocaine -M	EC26		M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine		I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Semi quanti Morphine :		I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
surveillance ministère	EC2/C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC104	I-CONF-10A	14 1997 4.4%		
Anabolisants (*) SPE à bas				M-AN-11	GC/Quad (SCAN
seuil		I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN
Anabolisants (*) SPE	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2
(sans hydrolyse) à bas seuil				141-141-0/B	GC/Trappe (IVIS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN
Clenbuterol		I-CONF-18D		M-AN-20C	GC/Quad (SCAN) GC/Trappe (MS3)

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006 2/3

SPECIMENLISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN
Epioxandrolone,	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	00/0 1/00122
Oxandrolone, Turinabol-M	2020	1-00141-20	W-EX-14E	M-AN-II	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52	GC/MS (SCAN)
métabolites de la testosterone				M-AN-41	GC/C/IRMS
The State of the S					
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN
Salbutamol		I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M EV 20 / 200	14 11 10	and the second second
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-28 / 28B M-EX-22	M-AN-43	Immunodétection
	DCJU	I-CONT-30	WI-EA-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques:	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	M ANTOS	- Immunofluorescence
LH - β-hCG		1-00141-00	moins nails M-AIN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	quantitative
				- IVI-AIN-33	- Immunochromatograph qualitative
The letting	12	A September 1997 Commence of the Commence of t			7
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN
Diurétiques *	EC28A		M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *		I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

3/3

SPECIMENLISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M,	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clomiphène-M			:		
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45 *	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

^{* :} Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

CONFIDENTIEL

POYOF DEFONS TO THE POPULATION OF THE POPULATION

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
В	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
С	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confimation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et béta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

1/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Documents cités: E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés. Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Tableau Tecapitalatii des ctapes a i	canser on tonetion at	ranquote a traiter	
Désignation	Lavage à l'ether	Hydrolyse	Extraction - évaporation
			 dérivation
•	étapes en gris clair	étapes en trait épais	étapes en trait normal
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

<u>Opérations</u>	Matériel Tube à vis (13*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	Réactifs et produits
II separate di laba questi i laccioni di diversi.	Dispensette Rolling Centrifugeuse 4000tr/min	Diethylether (S06)
Recognise in a property of the solution.	Pipette Pasteur Poire de prélèvement	CONFIDENTIEL
The state of the s	Bain à sec SPECIMEN	Azote
in Barner (1985) ya eu cum ini ini ini ini ini ini Bernan ini ini ini ini ini ini ini ini ini	Becher	ASSURANCE QUALITÉ L N D D
Prise d'essai = 2 mL	Tube échantillon Gilson (12.5*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	
Ajouter 50μL de SI	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	17aMethyltestosterone (SI3-) à 4mg/L

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version : E Date :01/12/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références

Pipette à poussée positive Cône eppendorf

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14 Vortex Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 à +4°C

(cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser Compte gouttes

betaglucuronidase +4°C (b-glu) à

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Centrifuger 5 min

Centrifugeuse 4000tr/min

Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)

Gilson
Cartouche SPE C18
Tube recueil Gilson (12.5* 100)

CONFIDENTIEL

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100μL

Réactif H2 (cf M-P-03B)

Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A Vial plastique

SPECIMEN

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version : E Date :01/12/2005 3/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	Contini
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	fether _
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	Allan

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
В	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale +	10/09/2004
	- l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-	
	INFO du 10/05/04)	
11. 11.	ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	
D	Suppression de I-CONF-24E	18/04/2005
-	Ajout des consignes concernant le cq urinaire	
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le	01/12/2005
	cq, le blanc urinaire l'aliquote echantillon	,



SPECIMEN

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

Version: A Date: 14/02/2005

1/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Documents cités: I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4

Méthode: Anabo

Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min Type de cartouches utilisées: Bond Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A: Méthanol Voie B: Hexane

Ether to Le 102/05

Voie C: Tert-butyla methyla oxyde (TBME) Voie D: Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) ASSURANCE QUALITÉ

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v):

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01. Lancer l'extraction selon I-N-35.



4. Résumé de la méthode d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4 .

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

Version: A

Date: 14/02/2005

2/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	- KB as top No.
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	pechen;
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	fort sold
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	1000
			//

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

		ENDEC	ISTREMENT					1-	odific	ation : I	E-TE-C M	3A		
LNDD	,								Date :		13/09/2	005	_	\dashv
	FICHE DE SU	IVI DES ALIQU	OTES POUR LA	CONFIRM	IATION	/ CO	NTRE	EXP				_	$\overline{}$	
Echantillon:	13864	995474		Mode op					L	<u>ne</u>			_	
Date	App	pareil	Températur		Va		r affic	chée				aphe		-
2040G	pHmet n°:	f	೨೨, ೨	****	5		35			A		Æ		_
20100	Refract n°	<u>ک</u> ۔			و	0	<u> 25</u>			<u></u>	٧	Ç		
Date de mise			3070€	<u> </u>	Heure	de :	mise	à l'ar	nbiar	nt :	بالر	ပည	Ø	
Prise d'essai				Heure de	la PE	: [کل	ď	2		raphe			
	Donneur	Densité	Facteur de	dilution		Vol	(en r	nL)		Vole	au aj	outé	(en i	nL)
Echantillon			1/-1		<u> </u>		_	.:			1/			
Blanc	3	1024	1/ 3			١,	/				_			
					ne prél	evé	en µl		Con	c ref	lans l	PE er	19	mL
Substance (TF	REF. SI)	Code sol ref	Conc sol ref		3	4	5	6	1	. 2	3	4	کې	6
SI: Nethu		STackb	lenglie	50						حما				
-1.0		3	0/						1		1	<u> </u>	_	
Epitento	sterne	47 032	dogle	4	++				2	=	-	_	-	$\vdash \vdash \vdash$
1 4		H7032	induce	J. Jo			-	- 1	-	5	30	+-	-	$\vdash \vdash$
· · ·	. '	H7033	boxy	1	6	10			\vdash	+	100	60	1	$\vdash \vdash \vdash$
U		H7030	broke			<u> </u>								
Testoster	me.	46.034	lagic	4			_		\mathfrak{D}_{l}	-	-	-	-	\vdash
- 11		4500CH	broke	I G	6/		-	_	1	30		+	-	$\vdash \vdash$
U		H0035	Joseph R	4	34	70	1	7	-		180	26	_	┼─┤
U		H10034	housing		+	4	4	H	\vdash	1	+	P	Ψ-	
	·	1			<u></u>	_		4/	1	102	+	De	mark c	
Opération	Date		Récupéré à		ntificati					ise	+		raphe	
Lavage	5 30900	-	J5720		ther	_	356	~			+		<u>0</u>	
Evaporation	936766	12030	J5455	Bain à	sec n°	<u>: -</u>	AFR	DII			+-	10		
Incubation			12 2	T (°C)							1			
Mise à pH	DD-706	1405		Code ta	mpon :	T	190	90	6-	07	-	10		
Hydrolyse		14415	كاملار	Dlu en: Etuve r			-					R		
	1		840HO6	Dlu NI	140H :	Pt	16 c	500	-><	zigu	ulle			
Extraction	930706	J742S	ghio	RT nº: Gilson	100	ш	2 -) 4			ש או או	-111		عاء	عال حايات
Stockage				Lieu:							1		Ç	から
Evaporation	260406	gh55	Jougs	Bain à	sec nº	ن:	7				+	<u>e</u>		
		5		Dériva			2					R		
	94024	16430	Adam.	Bain à Mi cro		: •					-			
Décienties	- NO	سي من	Jd 54		ou dlu d	lu r	éactif	1 : r	D-F	306				•,
Dérivation			* * * * * * * * * * * * * * * * * * * *		ation 2				 -(000				
			1		sec no									
. '		, '.		Dlu ré	actif 2	:					1			
Evaporation	1			Bain à	sec no	·:				,	\perp			
Reprise	1						. ,							
	1	1	and the state of t	Lieu :										
Stockage				Liou .										

dlu : date limite d'utilisation

TOPLEVEL PARAMETERS Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Method Sections To Run: (X) Save Copy of Method With Data () Pre-Run Cmd/Macro = (X) Data Acquisition (X) Data Analysis () Post-Run Cmd/Macro = Method Comments: Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split END OF TOPLEVEL PARAMETERS INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS Sample Inlet: GC GC ALS Injection Source: Mass Spectrometer: Enabled 6890 GC METHOD -----OVEN Maximum temp: 325 'C Initial temp: 160 'C (On) Equilibration time: 0.50 min Initial time: 0.00 min Ramps: # Rate Final temp Final time 0.00 1 4.00 255 2.75 2 30.00 300 0.0(Off) 3 Post temp: 0 'C Post time: 0.00 min Run time: 28.00 min BACK INLET () FRONT INLET (UNKNOWN)

Mode: Split
Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 175.0 kPa (On)
Split ratio: 12.1:1
Split flow: 11.7 mL/min
Total flow: 15.2 mL/min

Gas saver: Off
Gas type: Helium

COLUMN 1 COLUMN 2

Method: MAN27.M Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:1

```
Model Number: Agilent 19091Z-002
   HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
   Max temperature: 350 'C
   Nominal length: 25.0 m
   Nominal diameter: 200.00 um
   Nominal film thickness: 0.11 um
   Mode: constant pressure
   Pressure: 175.0 kPa
   Nominal initial flow: 1.0 mL/min
   Average velocity: 41 cm/sec
   Inlet: Front Inlet
   Outlet: MSD
   Outlet pressure: vacuum
FRONT DETECTOR (NO DET)
                                       BACK DETECTOR (NO DET)
SIGNAL 1
                                       SIGNAL 2
   Data rate: 20 Hz
                                          Data rate: 20 Hz
   Type: test plot
                                          Type: test plot
   Save Data: Off
                                          Save Data: Off
   Zero: 0.0 (Off)
                                          Zero: 0.0 (Off)
   Range: 0
                                          Range: 0
   Fast Peaks: Off
                                          Fast Peaks: Off
   Attenuation: 0
                                          Attenuation: 0
COLUMN COMP 1
                                       COLUMN COMP 2
   (No Detectors Installed)
                                          (No Detectors Installed)
THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
   Description: Interface
   Initial temp: 280 'C (On)
   Initial time: 0.00 min
      # Rate Final temp Final time
      1 0.0(Off)
                                       POST RUN
                                          Post Time: 0.00 min
TIME TABLE
   Time
             Specifier
                                           Parameter & Setpoint
                              7673 Injector
     Front Injector:
        Sample Washes
        Sample Pumps
                                     0
        Injection Volume
                                   2.0 microliters
        Syringe Size
                                  10.0 microliters
        PostInj Solvent A Washes 3
                                    3
        PostInj Solvent B Washes
        Viscosity Delay
                                     0 seconds
        Plunger Speed
                                  Fast
        PreInjection Dwell
                                 0.00 minutes
        PostInjection Dwell
                                  0.00 minutes
     Back Injector:
No parameters specified
                               MS ACQUISITION PARAMETERS
```

(not installed)

Method: MAN27.M

Capillary Column

Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:2

```
General Information
----- ,----,----
Tune File
                     : atune.u
Acquistion Mode : SIM
MS Information
-- -----
Solvent Delay
               : 2.50 min
EM Absolute
                     : False
EM Offset
                    : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9
[Sim Parameters]
GROUP 1
                   : 1
Group ID
Resolution
                     : Low
Plot 1 Ion
                     : 301.3
Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                               50) ( 301.3,
                      (209.3,
                                                 50) (327.3,
                                                                 50)
                       (341.3, 50) (417.3, 50) (431.3,
                                                                 50)
                       (432.4, 50) (446.4, 50) (522.5,
                                                                 50)
[MSZones]
                     : 150 C maximum 200 C
: 230 C maximum 250 C
MS Quad
MS Source
                          END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                        END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                        DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Percent Report Settings
------
Sort By: Signal
Output Destination
   Screen: No
   Printer: Yes
Method: MAN27.M
                        Mon Jul 24 17:17:53 2006
                                                          Page:3
```

File: No Integration Events: AutoIntegrate Generate Report During Run Method: No Signal Correlation Window: 0.020 Quantitative Report Settings ______ Report Type: Summary Output Destination Screen: Yes Printer: No File: No Generate Report During Run Method: No Quantification T/E (3 points) Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006 Reference Window: 2.00 Minutes Non-Reference Window: 1.00 Minutes Correlation Window: 0.10 minutes Default Multiplier: 1.00 Default Sample Concentration: 0.00 Compound Information (ISTD TR) 1) 17méthyltestostérone Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min. Conc (ng/ml) Response Lvl ID 100.000 5915926 100.000 4981326 2 5130998 100.000 ISTD conc: 100.000 ng/ml Curve Fit: Linear _____ epitestosterone Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min. Conc (ng/ml) Response Lvl ID

1 5.000 234336 2 30.000 1211449 3 60.000 2929592

Curve Fit: Linear, forced through origin

Method: MAN27.M Mon Jul 24 17:17:53 2006

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\2407.S

Comment: Operator: 28

Data Path: D:\Msd20\juil06\2407\

Pre-Seq Cmd: Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run
(X) Full Method
() Reprocessing Only

On A Barcode Mismatch
(X) Inject Anyway
() Don't Inject

Line Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name	
1 Sample 2 Sample 3 Sample 4 Sample 5 Sample 6 Sample 7 Sample 8 Sample 9 Sample 10 Sample 11 Sample	2 1 3 4 1 5 6 7 8	REF2TE	MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27 MAN27	itms tp te2 itms blu te 178/07 995474 te itms blute blute blu t30 e5 blu t180 e30 blu t360 e60 cq te 001	

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Mon Jul 24 17:15:54 2006

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Percent Report Settings Sort By: Signal Output Destination Screen: No Printer: Yes No File: Integration Events: AutoIntegrate Generate Report During Run Method: Signal Correlation Window: 0.020 Qualitative Report Settings Peak Location of Unknown: Apex Minimum Quality Library to Search DEMO.L Integration Events: AutoIntegrate Report Type: Summary Output Destination Screen: No Printer: Yes File: No Generate Report During Run Method: No Quantitative Report Settings Report Type: Summary Output Destination Screen: Yes Printer: No No File: Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Page:1

Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006 Reference Window: 2.00 Minutes Non-Reference Window: 1.00 Minutes Correlation Window: 0.10 minutes Default Multiplier: 1.00 Default Sample Concentration: 0.00 Compound Information -----1) 17méthyltestostérone (ISTD TR) Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min. Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration Tgt 301.30 man27.e Lvl ID Conc (ng/ml) Response 100.000 5915926 1 2 100.000 4981326 100.000 5130998 Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/ml Curve Fit: Linear 2) epitestosterone () Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min. Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration Tgt 432.40 man27.e Lvl ID Conc (ng/ml) Response 5.000 234336 30.000 1211449 1 2 1211449. 60.000 2929592 Qualifier Peak Analysis ON Curve Fit: Linear, forced through origin ______ () 3) testosterone Ret. Time 19.32 min., Extract & Integrate from 18.82 to 19.82 min. Signal Rel Resp. Pct. Unc.(rel) Integration Tqt 432.40 man27.e Conc (ng/ml) Response 1557516 ' 30.000 2 180.000 7052377. 360.000 17023691 Qualifier Peak Analysis ON Method: MAN27.M Mon Jul 24 17:15:54 2006 Page: 2

Quantification T/E (3 points)

USADA 0086

Curve Fit: Linear, forced through origin

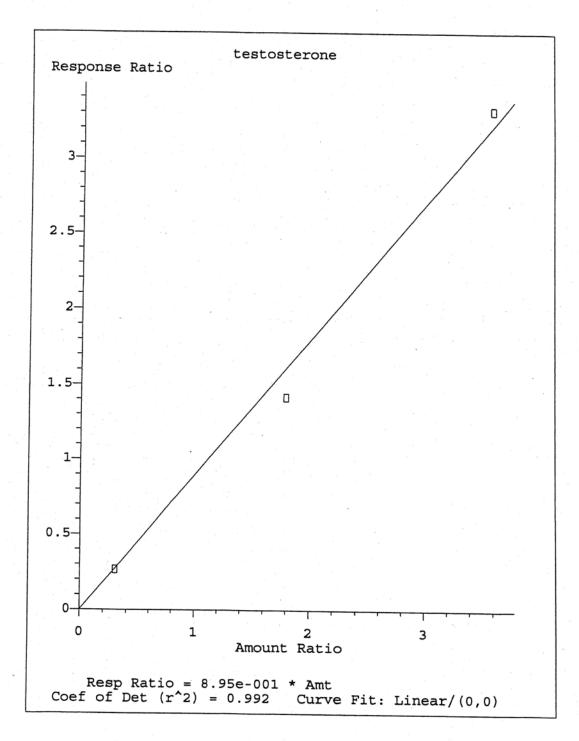
END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Mon Jul 24 17:15:54 2006

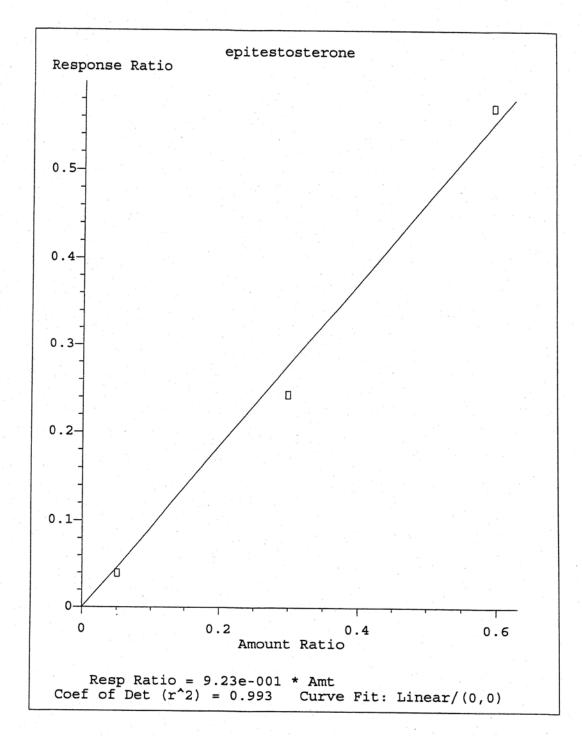
Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:15:54 2006

Page:3



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006



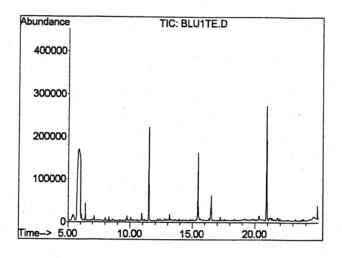
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006 File: D:\Msd20\juil06\2407\BLU1TE.D

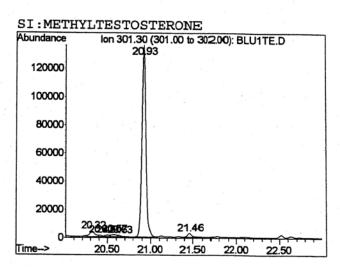
Operator: 28

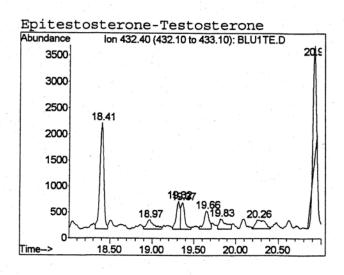
Date Acquired: 24 Jul 2006 12:57

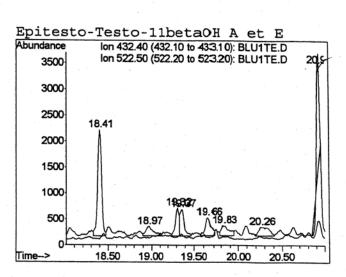
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blu te

Misc Info: Vial Number : 3









File: D:\Msd20\juil06\2407\BLUR1TE.D

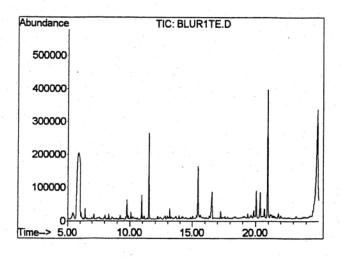
Operator: 28

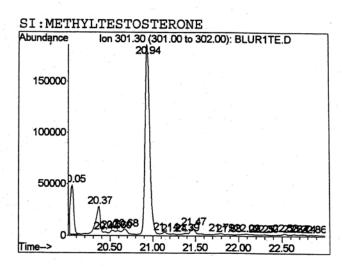
Date Acquired: 24 Jul 2006 14:30

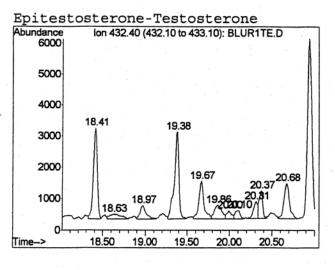
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blute

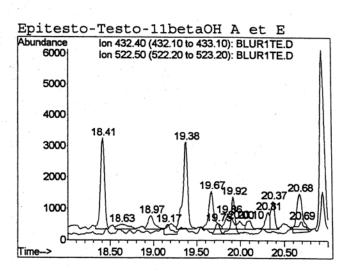
Misc Info:

Vial Number : 5









D:\MSD20\JUIL06\2407\17807474.D

Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2407\

Data File Name 17807474.D

Operator 28

Date Acquired 7/24/2006 13:28

Acq. Method File MAN27 Sample Name 178/07 995474 te

Vial Number

Calibration Title Quantification T/E (3 points)

Last Calibration Update Mon Jul 24 17:15:46 2006

<u>#</u>	Peak Type	Ret Time	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	Target Response	<u>Amount</u>	Units
1)	*ISTD	20.98	301.3	17méthyltestostérone	6399496	100.00	ng/ml
2)		18.56	432.4	epitestosterone	307234	5.20	ng/ml
3)		19.36	432.4	testosterone	3513238	61.37	ng/ml

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.4	11.8

File: D:\Msd20\juil06\2407\17807474.D

Operator: 28

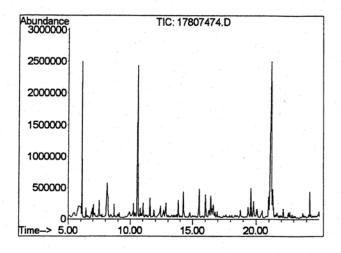
Date Acquired: 24 Jul 2006 13:28

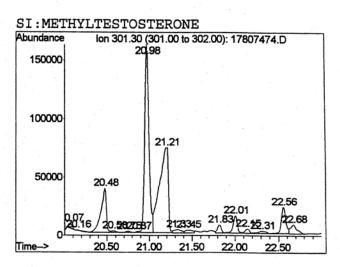
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

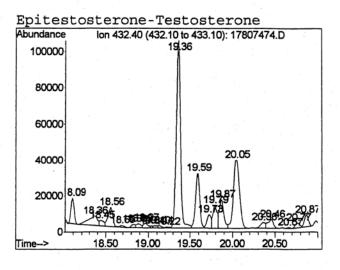
Sample Name: 178/07 995474 te

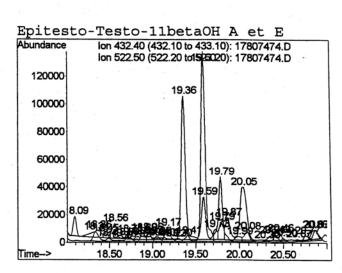
Misc Info:

Vial Number : 4









File: D:\Msd20\juil06\2407\REF1TE.D

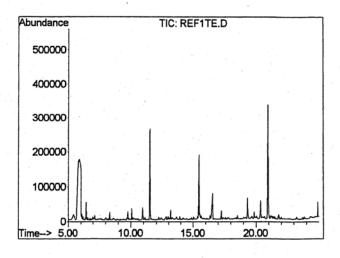
Operator: 28

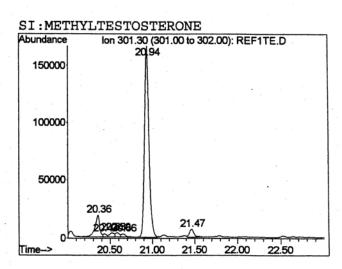
Date Acquired: 24 Jul 2006 15:01

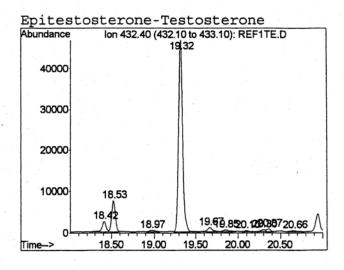
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t30 e5

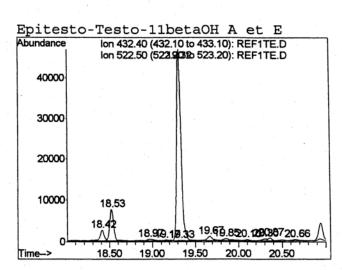
Misc Info:

Vial Number : 6









File: D:\Msd20\juil06\2407\REF2TE.D

Operator: 28

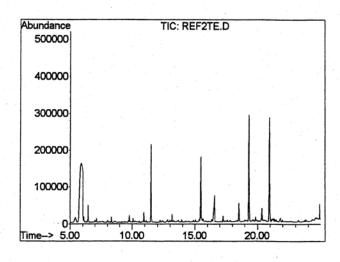
Date Acquired: 24 Jul 2006 15:32

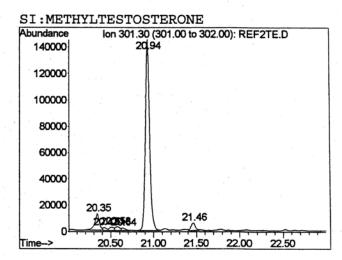
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

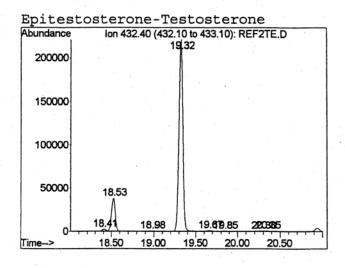
Sample Name: blu t180 e30

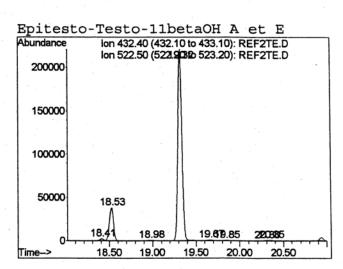
Misc Info:

Vial Number : 7









File: D:\Msd20\juil06\2407\REF3TE.D

Operator: 28

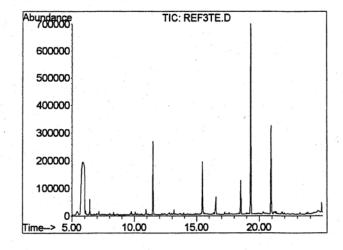
Date Acquired: 24 Jul 2006 16:02

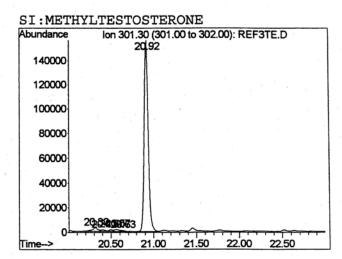
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

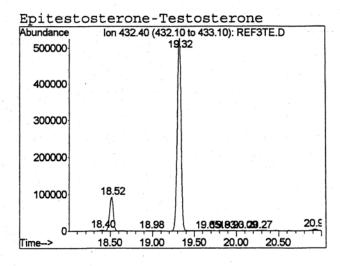
Sample Name: blu t360 e60

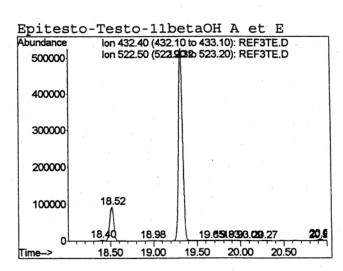
Misc Info:

Vial Number : 8







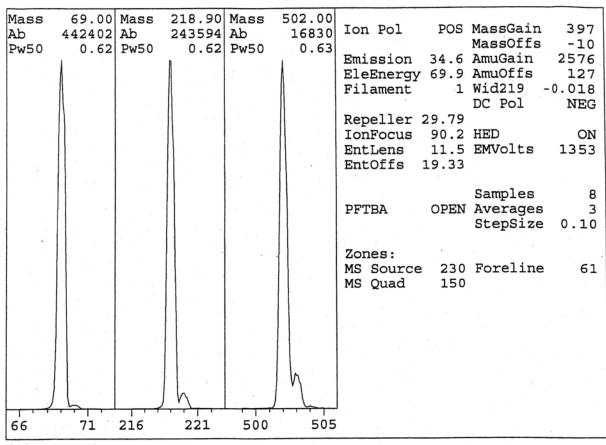


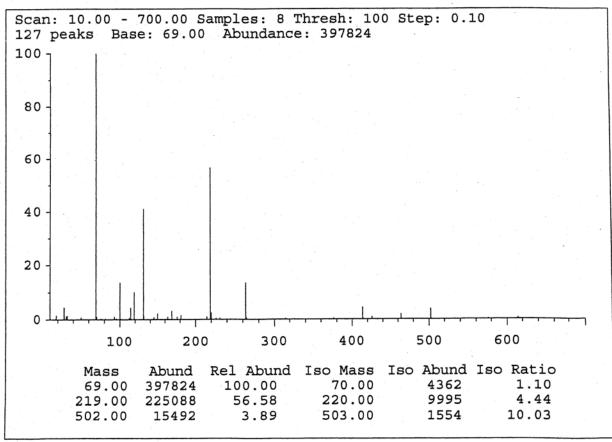
LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-CC-11 Version: B Date: 08/03/2006 1/1
VERIFICA	TION DES PERFORMANCES INSTRU (screening et confirmation)	
Numéro	d'identification de l'appareil : NSD20	
	Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire	Oui Non
I	Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3% Repeller < 35 on time > 2 ms	X
	u système 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 14/69 (CO2) < 10%	Oui Non
Observations:	Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 1	18
Conf	Recal / Mix conforme TP conforme – Fichier: TP conforme – Fichier: TP conforme – Fichier:	Oui Non
	TP conforme — Fichier: TP conforme — Fichier:	
Code opérateur e	et paraphe : Roe &	

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Instrument: MSD 20 Mon Jul 24 11:14:38 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U





Instrument: MSD 20

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U Mon Jul 24 11:16:34 2006 Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10 65 peaks Base: 69.00 Abundance: 492800 100 -90 80 70 60 50 40 30 20 10 0 + 10 20 30 40 50 60 Abund Rel Abund Iso Mass Iso Abund Iso Ratio 69.00 492800 100.00 70.00 5635 1.14 18.10 7001 1.42 18.90 65 0.93 335 28.10 27608 5.60 29.00 1.21

Current Params used:

Rep = 29.8 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 1.42 Water%
28/69 = 5.60 Nitrogen%
32/69 = 1.69 Oxygen%
44/69 = 0.13 Carbon Dioxide%
28/18 = 394.34 Nitrogen/Water%

File: D:\Msd20\juil06\2407\TP1TE.D

Operator: 28

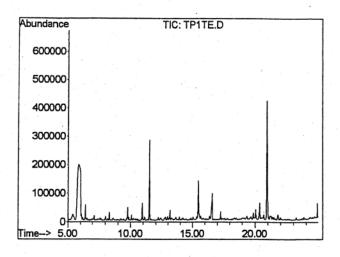
Date Acquired: 24 Jul 2006 11:55

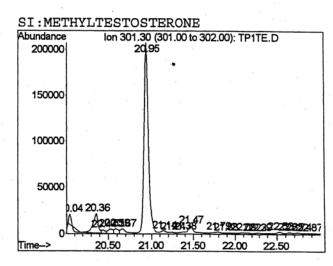
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: tp te2

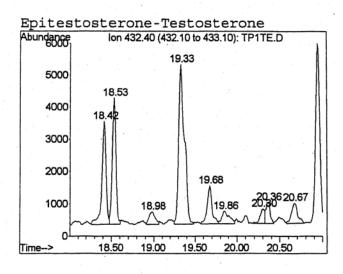
Misc Info:

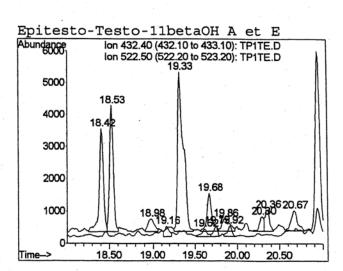
Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone











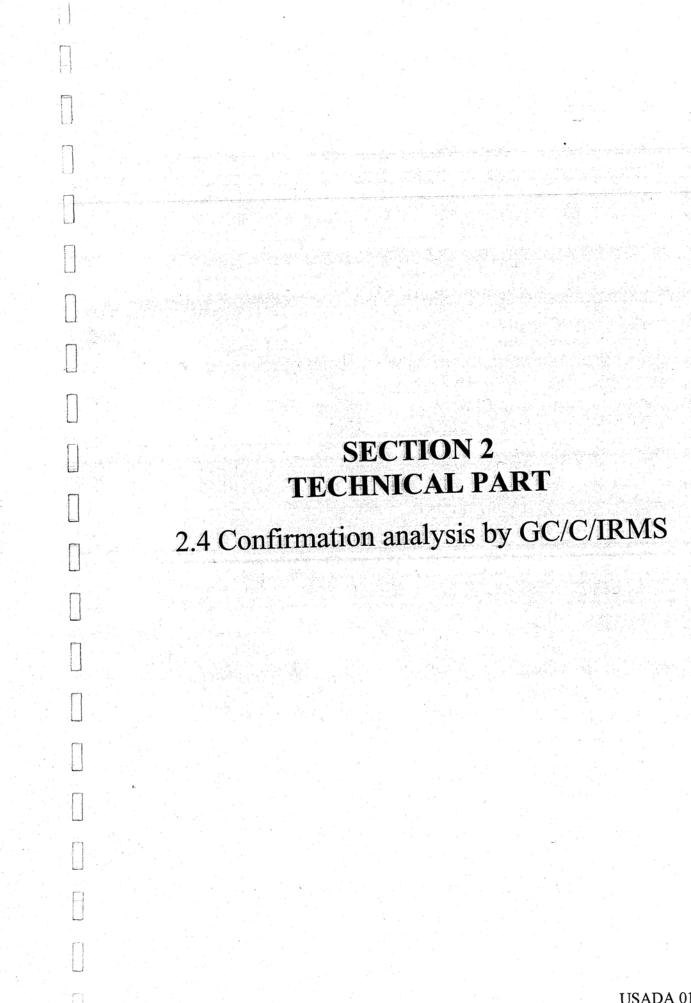
LNI	DD	EN	REGISTREM	ŒNT		Code: Version: Date: Page:	E-FCR-04B E 29/05/2006 1/1
		FICHE D'ANALY	SE / RESULT	AT - CONFIE	RMATION SEMI-QUA	NTITATIVE	T/E
Paraph	ne: NC						
Echant	tillon :	17	78/07 995474		Dilution :	1/ 1	
Ion de	quantification	on Testo et Epitesto	: 432	lon de	quantification SI :	301	
Conce	ntration de la	référence 1 :	Testosterone	7	Epitestosterone :		T/E théorique :
Concer	ntration de la	référence 2 :	Testostérone	7	Epitestosterone :		
Concer	ntration de la	référence 3 :	Testostérone:		Epitestosterone :		T/E théorique :
T.	Ziahian T	C C 1 CT	T				172 dicorique .
- 1	ichier	Surface du SI		estosterone	Surface Epitestosteron	le	
REF1	REFITE	5915926	155	7516	234336		
REF2	REF2TE	4981326	705	2377	1211449		
REF3	REF3TE	5130998	1702	23691	2929592		
17	807474	6399496	351	3238	307234		
DECIII	TATDEL	'ECHANTILLON					
ice.so.i		Concentration T		Concentration	on Epitestostérone	Ponnort T/E on	
Valeu	ır obtenue	61,4	ng/mL	5,2	ng/mL	Rapport T/E en	surface
Vale	ur finale	61,4	ng/mL	5,2	ng/mL	11,4	
7 .			Partia à :	romuliu non	10		
		1		remplir par	le responsable		
Seuil de		du rapport T/E (er	surface): 4			·	
Seuil de	ude (liée à la	méthode) pour le	rapport T/E : 3	30% pour 17	Epitestosterone : 30	pour la Tes	tosterone: 90)
Seuil de	ude (liée à la Valeur l	méthode) pour le	rapport T/E:		Epitestosterone : 30		tosterone: 90)
Seuil de	ude (liée à la Valeur l	méthode) pour le	rapport T/E:	30% pour 17	Epitestosterone : 30	<	tosterone: 90)
Seuil de	ude (liée à la Valeur l	méthode) pour le	rapport T/E:	30% pour 17	Epitestosterone : 30	<	tosterone: 90)
Seuil de	ude (liée à la Valeur l Valeur l	méthode) pour le passe du rapport T/I	rapport T/E: 3 E: \$2 E: IU.S.	30% pour 17 Résulta	Epitestosterone : 302 at : Anormal : Inclassable Négatif :	e :	tosterone: 90)
Seuil de	ude (liée à la Valeur l Valeur l	méthode) pour le passe du rapport T/I	rapport T/E: 3 E: \$2 E: IU.S.	30% pour 17 Résulta	Epitestosterone : 302 at : Anormal : Inclassabl	e:	tosterone: 202

Ecart n°:

Facteur de correction

Concentration corrigée de Testosterone Concentration corrigée d'Epitestosterone

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation



LNDD CONFIDENTIE **ENREGISTREMENT** (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

THAN COM		(LI	STE)		1/3
PECIMEN LISTE D	ES CON	FIRMATION	IS REALISEES AU	LABORATOIRE	ASSURANCE QUALITE L N D D
Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Methylamphétamine		I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Methylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
urveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA: Ephedrines	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN
D + 11 +- (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Betabloquants (*)	EC14A	I-CONF-14A		M-AN-17	GC/Quad (SCAN
Betabloquants (*)par MBA	-	I-CONF-14A		M-AN-17	GC/Quad (SCAN
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B				
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56E	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Etilefrine		I-CONF-090		M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Etilefrine	and the same of th	I-CONF-091		M-AN-34B	GC/Trappe (MS
Hydromorphone		I-CONF-09I		M-AN-10	GC/Quad (SCA)
THC-M	EC25	I-CONF-25		M-AN-28	GC/Quad (SIM
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26		M-AN-29	GC/Quad (SCA)
Quali morphine	EC27A			M-AN-30A	GC/Quad (SCA)
Quanti morphine	EC27B			M-AN-30B	GC/Quad (SIM
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC270			M-AN-30A	GC/Quad (SCA
- Condition with the State of Children and Children	Data :	Troomer.	A M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCA
Anabolisants (*) SPE		I-CONF-10			GC/Trappe (MS
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	1 1			M-AN-07B	
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10E			M-AN-11	GC/Quad (SCA
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10I	I-CONF-10	F M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (M
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19	D M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCA
Clenbuterol	EC18I			M-AN-20C	GC/Trappe (M

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

CONFIDENTIEL

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
7 7				CCM (CCA)D
EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
	T. GOVET 00	MEN 14E	M ANI 11	GC/Quad (SCAN)
EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-MN-11	GC/Quau (SCA14)
70017	T CONTE 21D	M EV 12D	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
EC21B	I-CONF-21B	M-EV-13P	W-A14-22D	GO, Trappo(1.152)
EC20D	I CONTE 20P	M-FY-30	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
EC39B	I-CONF-39B	W-LX-37	141 111 27	
ECO2 A	T CONTE 22 A	M-FY-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
				GC/Trappe (MS2)
EC23B				GC/Quad (SCAN)
70000				GC/Quad (SIM)
EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	W-7111-25	00/ 2444 (02.2)
DCCCC	T COME 22D	M-EY-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
				GC/Quad (SIM)
EC24D	1-CONF-24D	MI-DV-04D	141-2111-27	(0.2.1)
7,000	T COME 22	M EV 17	M_AN_23	HPLC/MS2 APCI
				HPLC/MS2 ESI
				HPLC/MS3 ESI
				GC/MS (SCAN)
EC31	I-CONF-31	M-EA-24		GC/C/IRMS
1	No. of the second			
TO CALOD	T CONTE 19A	M FY 13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN
111 (140)	4 1 1 - WALLEY			GC/Quad (SCAN
				GC/Quad (SCAN
				GC/Trappe (MS2
				GC/Quad (SIM)
EC18G	I-CONT-18G	MI-DX-13X	W-7EV-13C	00, 2
D				,
D007	T CONTE 07	M-EY-28 / 28B	M-AN-43	Immunodétection
	2 - 10 - 10 - 10 - 10 - 10 - 10 - 10 - 1	201001 0001		GC/MS (SCAN
EC30	I-CONT-30	IVI-LIA-LL	WI 111 25	
5000	T COME OF	Tuesday M. AN.08	- M-AN-08	- Imminofluorescen
BC00	1-CONF-00	inclus dalis M-Al4-06	1	quantitative
			- 111-111-33	- Immunochromatogra
				Name of the last
TO!	I COMP 40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCA
			M-AN-33	HPLC/MS2 ES
1 12.28/	W 1-COM-70W	141-DY-020		
		M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ES
EC281	B I-CONF-28B		M-AN-33 M-AN-33	HPLC/MS3 ES HPLC/MS2 ES
	EC20 EC21B EC39B EC23A EC23B EC23C EC23D EC24D EC24D EC22A EC22A EC22A EC21B EC31 EC31 EC18B EC18B EC18B EC18C EC30 EC30	EC20 I-CONF-20 EC21B I-CONF-21B EC39B I-CONF-39B EC23A I-CONF-23A EC23B I-CONF-23B I-CONF-23E EC23C I-CONF-23C EC23D I-CONF-23D EC24D I-CONF-24D EC22 I-CONF-22 EC22A I-CONF-22 EC22A I-CONF-22A EC22B I-CONF-22B EC31 I-CONF-31 EC18B I-CONF-31 EC18B I-CONF-18A EC18B I-CONF-18B EC18E I-CONF-18B EC18E I-CONF-18B EC18E I-CONF-18G ES07 I-CONF-18G ES00 I-CONF-06	EC20 I-CONF-20 M-EX-14E EC21B I-CONF-21B M-EX-13B EC39B I-CONF-39B M-EX-39 EC23A I-CONF-23A M-EX-14 EC23B I-CONF-23B M-EX-14 I-CONF-23E M-EX-14D EC23C I-CONF-23C M-EX-14 EC23D I-CONF-23C M-EX-14 EC24D I-CONF-24D M-EX-04B EC22 I-CONF-24D M-EX-04B EC22 I-CONF-22 M-EX-17 EC22A I-CONF-22A M-EX-03D EC22B I-CONF-22B M-EX-03D EC22B I-CONF-31 M-EX-24 EC18B I-CONF-31 M-EX-34 EC18B I-CONF-18A M-EX-13A EC18B I-CONF-18B M-EX-13A EC18B I-CONF-18B M-EX-13A EC18G I-CONF-18B M-EX-13A	EC20 I-CONF-20 M-EX-14E M-AN-11 EC21B I-CONF-21B M-EX-13B M-AN-22B EC39B I-CONF-39B M-EX-39 M-AN-39 EC23A I-CONF-23A M-EX-14 M-AN-11 EC23B I-CONF-23B M-EX-14 M-AN-24B I-CONF-23E M-EX-14 M-AN-25B EC23C I-CONF-23C M-EX-14 M-AN-25 EC23D I-CONF-23C M-EX-14 M-AN-25 EC23D I-CONF-23D M-EX-14 M-AN-25 EC24D I-CONF-24D M-EX-04B M-AN-27 EC22 I-CONF-22 M-EX-17 M-AN-23 EC22A I-CONF-22 M-EX-03D M-AN-47 EC22B I-CONF-22 M-EX-03D M-AN-47 EC21B I-CONF-31 M-EX-03D M-AN-47 EC31 I-CONF-31 M-EX-24 M-AN-19 EC31 I-CONF-31 M-EX-24 M-AN-19 EC18B I-CONF-18A M-EX-13A M-AN-19 EC18B I-CONF-18B M-EX-13A M-AN-19 EC18B I-CONF-18B M-EX-13A M-AN-19 EC18C I-CONF-18C M-EX-13A M-AN-19 EC18C I-CONF-18C M-EX-13A M-AN-19 EC30 I-CONF-30 M-EX-22 M-AN-35 EC30 I-CONF-30 M-EX-22 M-AN-35 EC30 I-CONF-06 Inclus dans M-AN-08 - M-AN-08 - M-AN-53

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

3/3

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoides *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONFcorrespondante

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

BBAY(O) HENELDING

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol	14/02/2005
	Ajout de la confimation quali / semi quantitative de la morphine (
	surveillance ministère)	
	Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004	
	Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène	^ .
	Ajout de la confirmation de l'alpha et béta trenbolone par LCMS3	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •
Е	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol	09/06/2006
	Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol	
	Ajout de la conf CG/SM des formes L et D de l'amphétamine et de	, ,
	la Methylamphétamine	
	Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C Date :17/01/2006

1/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Documents utilisés: E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

\sim		
U	pératio	ns

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit

1 9 JAN. 2006

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube prélablement identifiés

Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur CONFIDENTIEL

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm ASSURANCE QUALITÉ ...
LNDD

selon I-EX-06

Evaporation à sec

(cf I-TRAC-03C)

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5

Dispensette

SPECIMEN

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase

Compte goutte

β-glucuronidase Chambre froide à +4°C

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarck Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

2/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

\sim	•	ation	

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur
Vortex
SPECIME

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 μl de pyridine Ajouter 50 μl d'anhydride acétique Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner

Pyridine désséchée

Vortex

Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

CONFIDENTIEL

Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C

ou -

Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Acétonitrile Eau ultrapure

Vortex

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min) Bain à sec à 80°C

Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

3/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Traitement des fra	ections	FSPA	et F3
Traitement des fra			Matériel N

Réactifs et produits

Ajouter le SI selon I-VOL-01

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 Androstanol acétate H67 200 ng/µl

μl selon le volume ajouté

Ajouter 200 µl d'acétonitrile

Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner

Acétonitrile

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

CONFIDENTIEL

Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C

Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

Après analyse GC/MS:

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 0.2mg/ml

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C Date :17/01/2006

4/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA PARTION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	Margaret
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	Busine
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	The state of the s
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	Olean

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A>Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
В	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
С	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (EINFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	-

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -06

Version: C

Date: 06/02/2006

1/3

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ
INDD

Application:

Irms0.spe

Durée d'extraction pour un tube:

13.30min

Tube utilisé:

Kimble 16x100mm

SPECIMEN

Type de cartouche utilisée:

Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1: Méthanol

Voie 2 : Eau ultrapure Voie 3 : Acétonitrile

Voie 4: Rien

Voie 5: Rien Voie 6: Rien

Voie 7: Rien

Voie 8: Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

CONFIDENTIEL

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION:

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches.

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1

Echantillon 1

Blanc uriaire 2

Echantillon 2

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

INSTRUCTION

Codification: I-EX -06

Version: C

Date: 06/02/2006

2/3

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -06

Version: C

Date: 06/02/2006

3/3

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

ture
agaige
A 100
11)/200

EVOLUTIONS

No Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
В	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
С	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -07

Version: D

Date: 06/02/2006

1/3

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application:

Irms1te.spe

Duréé d'extraction par tube :

16.30 min

Tube utilisé de recueil utilisé:

Kimble 13x100 mm

Type de cartouche utilisée :

Bond Elut C₁₈ Varian - 200 mg / 3 ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1:

Méthanol

Voie 2:

Eau ultrapure

Voie 3:

Acétonitrile

Voie 4:

Rien

Voie 5:

Rien

Voie 6:

Rien

Voie 7:

Rien

Voie 8:

Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION:

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1

Blanc urinaire 1 tube 2

Blanc urinaire 1

Echantillon 1 tube 1

Echantillon 1 tube 2

Echantillon 1

Blanc urinaire 2 tube 1

Blanc urinaire 2 tube 2

Blanc urinaire 2

INSTRUCTION

Codification: I-EX -07

Version: **D**

Date: 06/02/2006

2/3

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Echantillon 2 tube 1

Echantillon 2 tube 2

Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 n	ninute		
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Rinçage canule Eau ultrapure		4	20
Rinçage canule Méthanol		Canule	4	20

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -07

Version: D

Date: 06/02/2006

3/3

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	A organia
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	Berne 1
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	/ / /year
		7.	/ 40 1

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A		24/10/2002
1	Acceptation du projet passage en version A	-
В	Révision biennale	31/08/2004
:	changement des volumes de lavage et d'élution	
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction	06/02/2006
	D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -08

Version: C

Date: 08/09/2005

1/3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application:

irms2te.spe

Durée d'extraction pour un tube :

41,3 min

Tube utilisé:

Kimble 13x100 mm

Type de cartouche utilisée:

Baker C₁₈

Volume de la cartouche :

500 mg / 3 ml

APPLICABLE le

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

0 8 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1:

Méthanol

Voie 2:

H₂O (ultrapure)

Voie 3:

Acétonitrile

Voie 4:

Rien

Voie 5:

Rien

Voie 6:

Rien

Voie 7:

Rien Rien

Voie 8:

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)

Lancer Textraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes

16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

INSTRUCTION

Codification: I-EX -08

Version: C

Date: 08/09/2005

2/3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Espace libre	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Echantillon 1	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
Espace libre	Echantilon I Flaction 13 (Dist)

Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE:

Ttono	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Etape	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Chargement échantillon	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4/3,6	30
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3/3	30
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1/1	30
Préparation mélange 50 %		Fraction 1	2	2
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Mixer	4,5 / 1,5	30
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O			2
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -08

Version: C

Date: 08/09/2005

3/3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	(Carried)
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	- Bas 9
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	- July Da
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	1 / 1000

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
Α		02/10/2002
	Acceptation du projet passage en version A	
В	Révision biennale	31/08/2004
	analyse d'une troisième fraction	
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre	08/09/2005
	pour homogénéisation	

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

1/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

	Mode opérato	ire d'extraction:		M-EX-24		
	Echantillon:	Fa 8 F1	995474		Sexe: M 🖌	
	Mise à l'ambia	nt de l'échantill	on: Date:	He 20/Fold	ure: 9hor	
	Prise d'essai:	Volume	: 3.4 m	L Heure:	lihao Paraphe:	ш
		Date	Appareil	Températur	e en °C Valeur lue Parap	he
	pН	30/50/44	pHmet n°: ‡	むむ 、	من حريد	_
'	Densité	3 offol &u	Refract n°: 4		1,025	
	Blanc urinaire	Pool 4	Densité :	Prise	e d'essai : LCmL Paraphe : L	glava]
	Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
	Première	aolfolae	11/25		Rapid Trace: RTISC	M
	extraction	22/07/06		12650		How
	Stockage à	,			Lieu : CH-FR.1	
	4°C			•		
	Evaporation	22/07/06	ozhai	13/130	Bain à sec (BSE) : الدى	House
	Stockage à 4°C				Lieu: CH-FR.1	
	7					1,7

14 435

16 430

Hydrolyse

Deuxième

extraction

Stockage à

4°C

201601812

20/40/26

2010/65

22/07/06

13/35

14445

Code du tampon : 7060606 - 1)

DLU* de la BGlu : 21/08/06

Etuve n°: 5

Rapid Trace: PTISC

Lieu: CH-FR.1

^{*}DLU: date limite d'utilisation

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

2/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	20/10/06	16/30	17h20	Bain à sec (BSE): SA	Many
Stockage à				Lieu: CH-FR.1	,
4°C					
Acétylation	22/01/0 E	14ドか 2		DLU* Anhydride acétique : 9\\\o\ DLU* Pyridine : \o\ &&&	al .
	77/04/06		20181	Bain à sec (BSE): Sub ou Température ambiante	Hard
Evaporation	22/07/06	Ighos	19/35	Bain à sec (BSE): SA1	Hour
Troisième	3019dbb	order		Rapid Trace: RTOLD	Mhua
extraction	2016986		3405		- Amary
Stockage à	, ,			Lieu: CH-FR .1	
4°C					
Evaporation	23/07/06	9405	lohuc	Bain à sec (BSE): 14	Plous
Stockage à				Lieu: CH-FR .1	
4°C					
Ajout SI,	23/07/06	ordor		Code du SI (0,2mg/mL): H67-	01
Mise en vial	•		1045	003 F	Mars
Evaporation	2016018	10 hus		Bain à sec (BSE): S & 1	m
	23/07/02	3	10/55		Maro
Stockage à				Lieu: CH-FR .1	
+4°C					

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction	on F2	Fraction F3
Volume SI (μl)	4	5	30	lo
Volume hexane (µl)	100	100	400	400

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

3/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	13/04/02	10455			Marg
Injection	23103106	11 hoo		MSD معد	Α)
CG/MS	20/60/64		F3: 111h15 F1: 13h10 F2: 14h20		_ there
Ajout du SI si nécessaire	est foler	F1:13h20 F2:14h25		Code du SI (200ng/μL): H67- 003 F	Plane
Evaporation	201 50/84	12 : 12 h 15 F1 : 13 h 16 F2 : 14 h 12	£1: 13430 £1: 13430 £3:17472	Bain à sec (BSE) : 521	Mary
Stockage des	Y			Lieu: CH-FR.1	
vials à 4°C			Secretarian and reduce and reduce to the Secretarian Secretarian		1.

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
infection	201 Fals+	14430	ishoo		Marg
Iz tuope noilenoque	30/10/84	15/100	ishio		Mary
Headne	201fols&	Ishio			Maig
				y	

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	10	55	۱۵
Volume final hexane (µl)	50	чь	45

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

4/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	2014018€	F3: 12 h25 F1: 13 h30 F2: 15 h10			Mary
Injection GC/C/IRMS	23/07/06	F3: 12h25 F1: 13h30 F4: 15h10		ISOPRIME \	Mary
					0

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
		ing a start			
				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
				4	

Ecarts n°:

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

2.4.1 GC/MS analysis

TOPLEVEL PARAMETERS

```
lethod Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
ethod Sections To Run:
 ( ) Save Copy of Method With Data
                        Pre-Run Cmd/Macro =
 ( ) MSTOP
  ( ) Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro =
                       Pre-Run Cmd/Macro =
  ( ) Data Analysis
  (X) Data Acquisition
 (X) Data Analysis
                        Post-Run Cmd/Macro =
( ) MSTOP
( ) Instrument Control Post-Run Cmd/Macro = ( ) Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =
1ethod Comments:
  This is the default method
                              END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                              INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                               ----
6890 GC METHOD
 OVEN
                                           Maximum temp: 325 'C
   Initial temp: 70 'C (On)
                                           Equilibration time: 0.50 min
   Initial time: 1.00 min
   Ramps:
         Rate Final temp Final time
      1 30.00 270 12.00
2 10.00 300 3.00
      3 0.0(Off)
    Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
    Run time: 25.67 min
                                       BACK INLET (UNKNOWN)
 FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)
    Mode: Splitless
    Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 145.0 kPa (On)
Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
Total flow: 25.4 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium
                                         COLUMN 2
 COLUMN 1
                                            (not installed)
    Capillary Column
    Model Number: Agilent 19091s-433
    Max temperature: 325 'C
Nominal length: 30.0 m
    Nominal diameter: 250.00 um
    Nominal film thickness: 0.25 um
    Mode: constant pressure
     Pressure: 145.0 kPa
    Nominal initial flow: 2.3 mL/min
     Average velocity: 56 cm/sec
     Inlet: Front Inlet
     Outlet: MSD
     Outlet pressure: vacuum
                                                                    Page: 1
                             Mon Jul 24 14:19:20 2006
 Method: MAN_52.M
```

```
BACK DETECTOR ()
RONT DETECTOR ()
                                        SIGNAL 2
GINAL 1
                                           Data rate: 20 Hz
Data rate: 20 Hz
                                           Type: test plot
  Type: test plot
                                           Save Data: Off
Save Data: Off
                                           Zero: 0.0 (Off)
  Zero: 0.0 (Off)
                                           Range: 0
  Range: 0
                                           Fast Peaks: Off
  Fast Peaks: Off
Attenuation: 0
                                           Attenuation: 0
                                        COLUMN COMP 2
COLUMN COMP 1
                                           (No Detectors Installed)
  (No Detectors Installed)
THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
  Description:
  Initial temp: 300 'C (On)
Initial time: 0.00 min
     # Rate Final temp Final time
        0.0(Off)
      1
                                       POST RUN
                                           Post Time: 0.00 min
IME TABLE
                                            Parameter & Setpoint
             Specifier
   Time
                             7673 Injector
     Front Injector:
                                      0
       Sample Washes
        Sample Pumps
                                    1.0 microliters
        Injection Volume
                                  10.0 microliters
        Syringe Size
        PostInj Solvent A Washes
                                      3
        PostInj Solvent B Washes
                                    3
3 seconds
        Viscosity Delay
                                   Fast
       Frunger Speed
PreInjection Dwell
        Plunger Speed
                                0.00 minutes
0.00 minutes
     PostInjection Dwell
    Back Injector:
 o parameters specified
 Column 1 Inventory Number : ?
 Column 2 Inventory Number :
                                 MS ACQUISITION PARAMETERS
 Seneral Information
 _____
                        : atune.u
: Scan
Tune File
 Acquistion Mode
 MS Information
 -- '-----
                         : 9.00 min
 Solvent Delay
                         : False
 EM Absolute
                        · · · · O
 EM Offset
                         : 1811.8
 Resulting EM Voltage
 [Scan Parameters]
                         : 50.0
Low Mass
                                                                    Page: 2
                            Mon Jul 24 14:19:20 2006
 Method: MAN_52.M
```

```
: 550.0
igh Mass
                       : 150
hreshold
                                  A/D Samples 4
Sample #
                    : 2
: 50.0
: 550.0
lot 2 high mass
[MSZones]
                        : 150 C maximum 200 C
S Quad
                        : 230 C maximum 250 C
S Source
                            END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                         END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                           DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Percent Report Settings
| |----
Gort By: Signal
 output Destination
   Screen: No
Printer: Yes
             No
    File:
ntegration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method: No
 ignal Correlation Window: 0.020
 ualitative Report Settings
 Peak Location of Unknown: Apex
                     Minimum Quality
 ibrary to Search
C:\temp\IRMS.L
                       90
Integration Events: AutoIntegrate
 Report Type: Summary
 butput Destination
   Screen: No
Printer: Yes
     File:
             No
 Generate Report During Run Method: No
 Quantitative Report Settings
                                                                   Page: 3
                      Mon Jul 24 14:19:20 2006
Method: MAN_52.M
```

.sport Type: Summary putput Destination Screen: Yes Printer: No No File: enerate Report During Run Method: No alibration Last Updated: eference Window: 10.00 Percent on-Reference Window: 5.00 Percent Correlation Window: 0.02 minutes Default Multiplier: 1.00 efault Sample Concentration: 0.00 Compound Information _____ *** Empty Quantitation Database *** END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS Mon Jul 24 14:19:20 2006

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 4

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 5

```
Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2006\Juil06\2307.S
          Comment:
         Operator: 49
        Data Path: D:\MSD22\JUIL06\2307\
Top
                     Pre-Seq Cmd:
 Instrument Control Pre-Seq Cmd:
 Data Analysis
                     Pre-Seq Cmd:
 Top
                     Post-Seq Cmd:
 Instrument Control Post-Seq Cmd:
 Data Analysis Post-Seq Cmd:
    Method Sections To Run
(X) Full Method
(X) Reprocessing Only

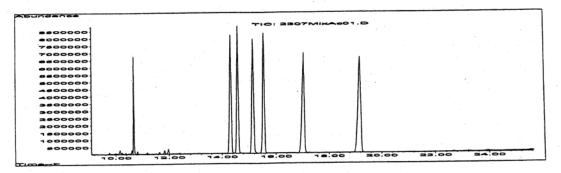
On A Barcode Mismatch
(X) Inject Anyway
( ) Don't Inject
                        Sample Name/Misc Info
    Line
  1) Calibration 1
                        2307MixAc01
      Datafile
                        MAN 52
      Method
                     2 blu1F3
                                 MAN_52
                                           Blu 1 F3
  2)
      Blank
3) Sample
                     3
      Datafile
                        17807474F3
                        MAN_52
4)
      Method
                     4 blu1F1
                                 MAN 52
                                         Blu 1 F1
     Blank
 5) Sample
                     5
                       17807474F1
      Datafile
                        MAN_52
      Method
                    6 blu1F2
                                  MAN_52 Blu 1 F2
  6)
     Blank
  7) Sample
                        17807474F2
      Datafile
                        MAN 52
      Method
  8) Sample
                        17807474F2b
      Datafile
      Method
                        MAN 52
                                                  Séquence vérifiée par : .....4.3
                                                                    ٧.
                                                  Remarques: .....
                                                                   -10
```

Last Modified: Sun Jul 23 10:17:10 2006

Page: 1

D:\Msd22\Juil06\2307\2307MixAc01.D

Data File Name 2307MixAc01.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 10:19
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 50
Vial Number 1
Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	10,892,705
Etiocholanolone AC	14.35	1.343	272	20,821,485
Androsterone AC	14.62	1.367	272	35,520,111
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.419	256	20,304,691
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.57	1.456	316	28,264,859
11 KetoEtiocholanolone AC	17.07	1.597	271	27,735,914
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.20	1.796	284	35,625,886

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,496,221	105.5
Etiocholanolone AC	257	13,275,551	63.8
Androsterone AC	257	15,144,189	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	18,349,659	90.4
	241	16,541,690	58.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	191	23,029,104	83.0
11 KetoEtiocholanolone AC		20.053.051	56.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	20,033,031	00.0

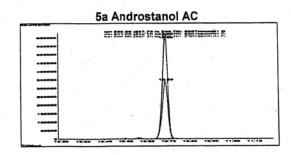
M3 signal

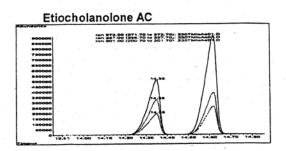
Page 1 of 2

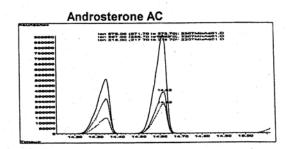
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,139,162	56.4
Etiocholanolone AC	201	7,984,811	38.3
Androsterone AC	218	10,868,162	30.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,646,481	77.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC		13,817,358	48.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,604,214	59.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	9,962,084	28.0
on Pregnan 3a 20a dioi diAC 1			

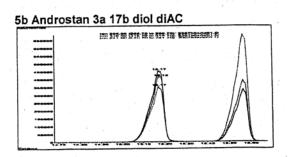
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

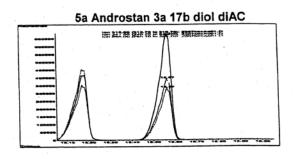
7/23/2006 11:33 AM

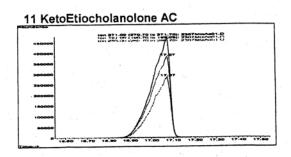


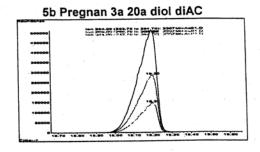












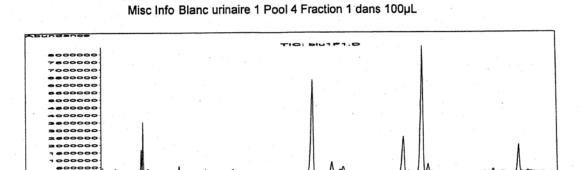
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 11:33 AM

D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F1.D

Data File Name blu1F1.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 12:10
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F1
Vial Number 4



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,234,507
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.04	1.596	271	23,056,534
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

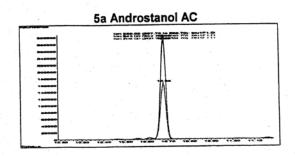
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,447,955	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	. 0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	19,045,346	82.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

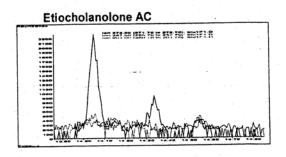
M3 signal

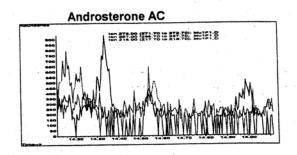
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,943,791	56.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,914,444	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

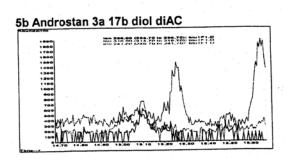
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

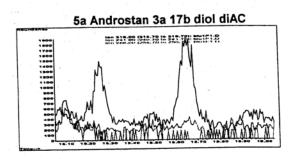
7/23/2006 12:55 PM

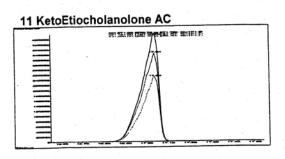


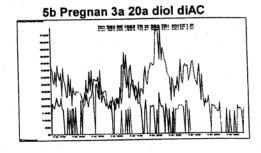












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 12:55 PM

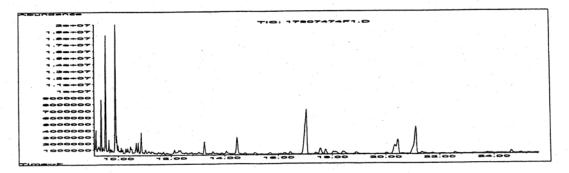
D:\Msd22\Juil06\2307\17807474F1.D

Data File Name 17807474F1.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 12:42
Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F1

Vial Number 5

Misc Info 178/07 995474 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	2,672,512
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	27,520,882
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,977,015	111.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,323,512	81.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

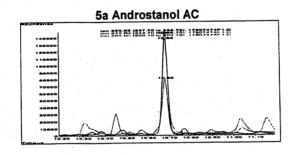
M3 signal

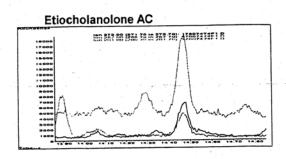
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,719,112	64.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0 ;	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	. 0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,694,242	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

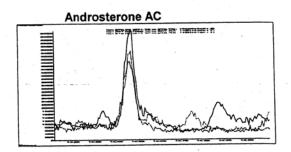
Page 1 of 2

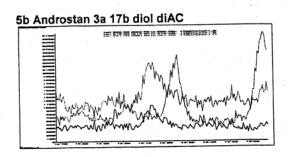
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

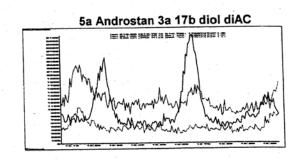
7/23/2006 1:14 PM

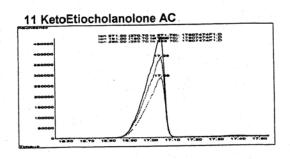


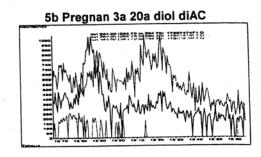












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 1:14 PM

D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F2.D

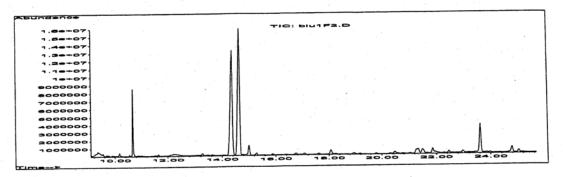
Data File Name blu1F2.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 13:15

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F2

Vial Number 6

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	14,356,335
Etiocholanolone AC	14.39	1.347	272	46,218,242
Androsterone AC	14.66	1.373	272	92,159,652
,	0.00	0.000	256	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC		0.000	271	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00		284	n .
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	204	

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	14,913,181	103.9
Etiocholanolone AC	257	29,244,244	63.3
Androsterone AC	257	39,385,747	42.7
		0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	• . •		0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC		0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	U	
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	00	0.0

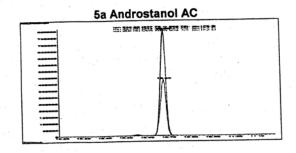
M3 signal

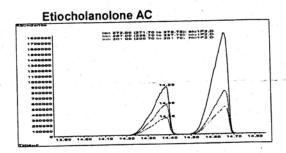
Page 1 of 2

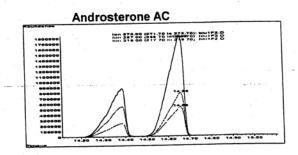
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,892,527	55.0
Etiocholanolone AC	201	16,995,418	36.8
Androsterone AC	218	26,814,361	29.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC		0	0.0
	286	. 0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	344	ň	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344		V.V.

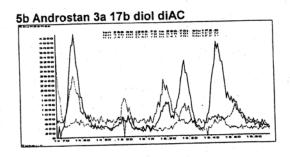
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

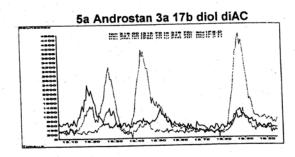
7/23/2006 2:23 PM

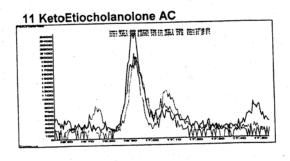


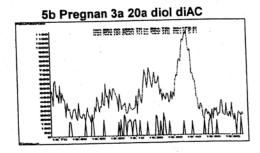












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 2:23 PM

D:\Msd22\Juil06\2307\17807474F2b.D

Data File Name 17807474F2b.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\

Operator 49

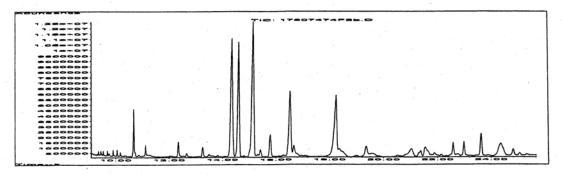
Date Acquired 7/23/2006 14:33

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	6,790,329
Etiocholanolone AC	14.38	1.345	272	30,616,404
Androsterone AC	14.65	1.370	272	44,803,237
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0 / .
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	7,142,048	105.2
Etiocholanolone AC	257	19,396,055	63.4
Androsterone AC	257	19,255,218	43.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

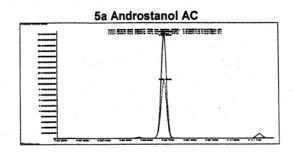
M3 signal

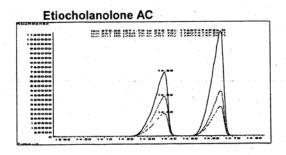
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,868,152	57.0
Etiocholanolone AC	201	11,568,610	37.8
Androsterone AC	218	13,516,338	30.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0 -	0.0

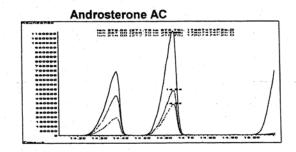
Page 1 of 2

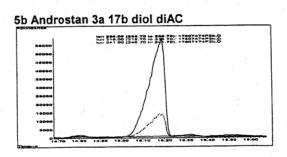
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

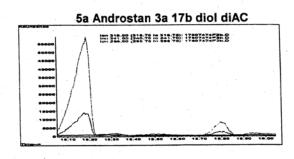
7/23/2006 3:01 PM

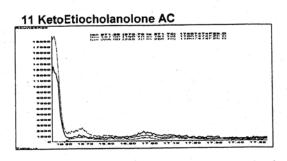


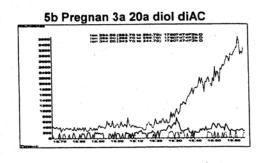












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 3:01 PM

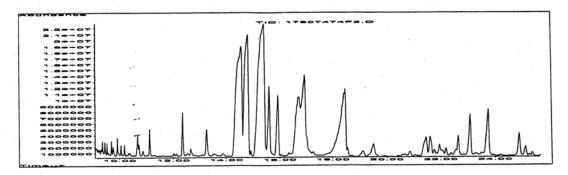
D:\Msd22\Juil06\2307\17807474F2.D

Data File Name 17807474F2.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 13:47
Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	4,709,923
Etiocholanolone AC	14.58	1.365	272	169,848,822
Androsterone AC	14.84	1.388	272	213,976,918
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,011,709	106.4
Etiocholanolone AC	257	104,358,276	61.4
Androsterone AC	257	91,230,541	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

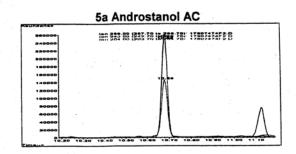
M3 signal

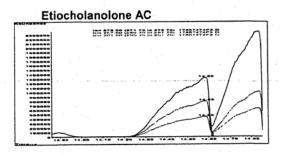
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,896,716	61.5
Etiocholanolone AC	201	59,514,197	35.0
Androsterone AC	218	61,028,102	28.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC		0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

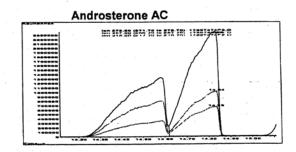
Page 1 of 2

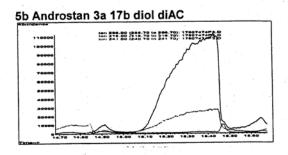
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

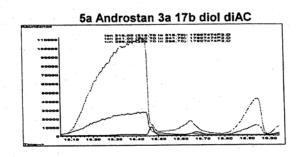
7/23/2006 2:22 PM

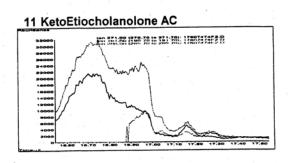


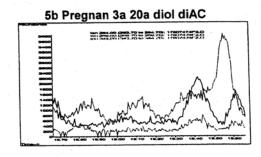












Page 2 of 2

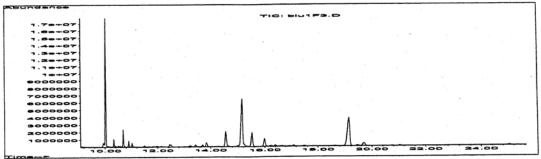
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 2:22 PM

D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F3.D

Data File Name blu1F3.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 11:00
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F3
Vial Number 2

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100μL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	3,476,361
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.420	256	15,597,241
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.452	316	5,215,670
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.14	1.792	284	16,549,438

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,650,999	105.0
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	. 0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,170,551	90.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,187,095	61.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,365,521	56.6

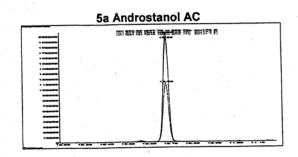
M3 signal

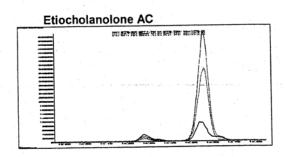
Page 1 of 2

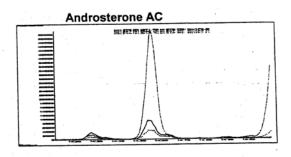
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,954,169	56.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,280,836	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,634,418	50.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,508,073	27.2

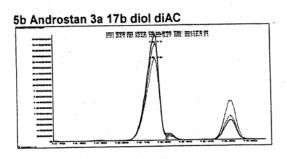
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

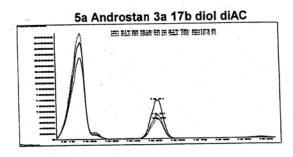
7/23/2006 11:30 AM

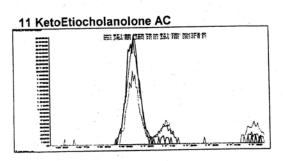


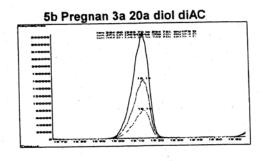












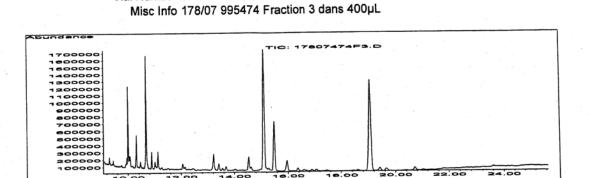
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 11:30 AM

D:\Msd22\Juil06\2307\17807474F3.D

Data File Name 17807474F3.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 11:33
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name 178/07 995474 F3
Vial Number 3



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67	,	258	2,492,729
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1.415	256	3,658,105
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.48	1.450	316	1,968,201
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.06	1.786	284	4,951,688

M2 signal

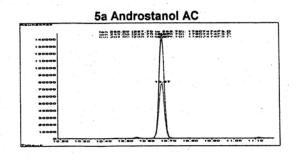
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,615,044	104.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	3,242,469	88.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,199,926	61.0
	191	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	269	2.833.947	57.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	209	2.000.077	

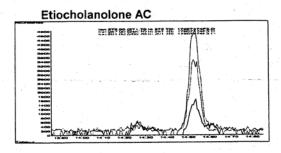
M3 signal

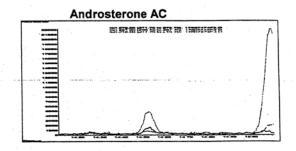
Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
204	1,395,444	56.0
201	0	0.0
218	0	0.0
241	2,877,543	78.7
		50.1
	0	0.0
	1 343 347	27.1
	204 201	204 1,395,444 201 0 218 0 241 2,877,543 256 985,712 286 0

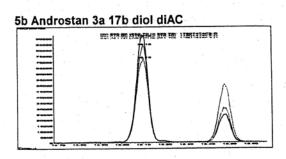
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

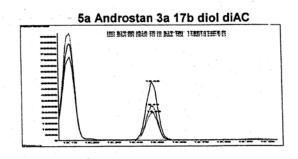
7/23/2006 12:00 PM

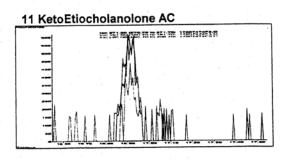


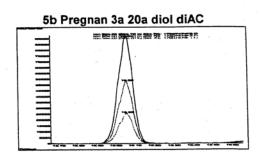












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 12:00 PM

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

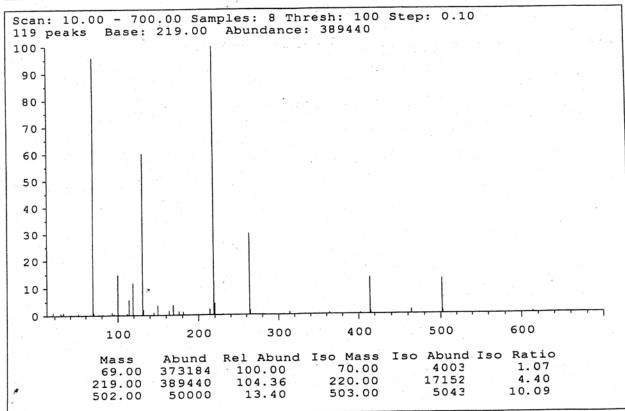
		•
		•
Numéro	o d'identification de l'appareil : الله هنگ	
	Date: 23/07/06	
1 - Source d'ic	onisation	Oni Non
MSD Polaris	Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3% Repeller < 35 Ion time > 2 ms	Oui Non
Observations:		
2 - Etanchéité	du système	Oui Non
MSD	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10%	α
Polaris	Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 1	
Observations		
3 - Sensibilité		Oui Non
Screening Conf	Recal / Mix conforme TP conforme - Fichier: 2307 Nic Acol TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier:	X
Observations		
Code opérate	ur et paraphe : 49	

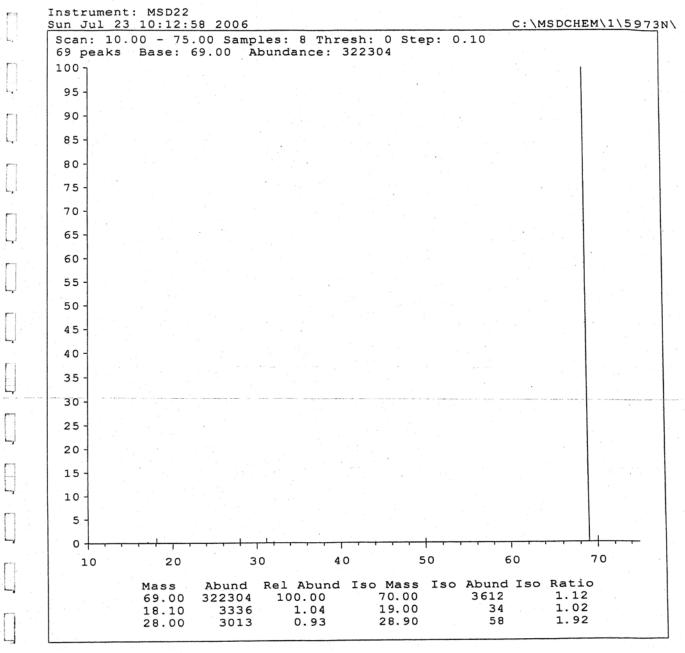
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

sun Jul 23 10:11:55 2006
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22

Mass Ab	69.00 421715 0.61		19.00 37153 0.61	Mass Ab Pw50	502.00 54028 0.62	Ion Pol	POS	MassGain MassOffs	267 -10
Pw50	0.61	PWSU	0.61	FWSU	0.02	Emission	34.6	AmuGain	2179
	1	1 . 1			Λ 1	ElEnrgy	69.9	AmuOffs	130
1.					N~	Filament	2	Wid219 -	0.037
		1 . 11	1					DC Pol	NEG
	11		-		11 1	Repeller	24.26		
						IonFcus		HEDEnab	ON
	11	1 11				EntLens		EMVolts	1812
		1 . 11		2.		EntOffs	17.57		
	11 .								
	11							Samples	8
	11.	1 . 1				PFTBA	OPEN	Averages	3
		1 1	1		1			Stepsize	0.10
1 .		1 1	1						
	11	1 11				Zones:			0.7
1	- []					MS Source		Foreline	93
		1				MS Quad	150		
1		1	1						
				,					
	1 - 1	1							
		1							
				1					
1 .						. , .			
	11	1 - 11				* * .			
	11	' '			1	a might reserve in			
		1		.	v \	,			
		1	\wedge			. ,			
			7777	500	505	, ,			
66	. 71	216	221	500	,505				





Current Params used: ATUNE.U

```
Relative abundances:

18/69 = 1.04 Water%

28/69 = 0.93 Nitrogen%

32/69 = 0.28 Oxygen%

44/69 = 0.17 Carbon Dioxide%

28/18 = 90.32 Nitrogen/Water%
```

LNDD		-	:	EGISTREN		1	Codification Version: Date:	1/3		
FICHE D'AN	NALYSE / R	ESULTAT	ANALYS	SE QUALI'	TATIVE (GC/MS POU	R CONFI	RMATION	GC/C/IR	MS
Echantillon:	·	178/07 9	005474							
Echantinon .	L	170/07	773474							
Tolérances fixées p	ar l'AMA (d	locument · 1	WADA Tec	chnical Doc	ument - TI)2003IDCB)				
r ororanoes fixees p	a min (iocument.	WADA ICC	omnear Doc	ument - 11	2003IDCK)				
l'olérances sur le tr	et le trr : +/	-1% ou +/-	0,2 min (pr	endre la plu	us faible de	s deux)				
Pour les abondance	s relatives	> 50%	il est	admis	+/- 10% (en absolu) de	variation			
. , ,		25 <ab< 50<="" td=""><td></td><td></td><td>+/- 20% (</td><td></td><td>· variation</td><td></td><td></td><td></td></ab<>			+/- 20% (· variation			
		< 25%			+/- 5% (er					
.**	, ′									
						_				
Standard Interne:										*
Standard Interne:	М	lix .	Fract	ion F1	Fract	ion F2	Fractio	on F3	·	
	M			ion F1		ion F2	Fraction 10.0			
Standard Interne: Tr (min) Fichier		.69	10		10			67		
Tr (min)	10. 2307M	.69 ixAc01	10	.69 /474F1	10	.69	10.4 178074	67		
Tr (min) Fichier	10. 2307M	.69 ixAc01	10 17807	.69 /474F1	10	.69 474f2b	10.0 178074	67 174F3		
Tr (min) Fichier	10. 2307M	.69 ixAc01	10 17807 étiocholano	.69 /474F1	10 17807	.69 474f2b	10.0 178074	67 174F3 7807474F1	M2 (%)	М3 (1
Tr (min) Fichier	10. 2307M etérisée :	69 ixAc01 11 Kétoo	10 17807 étiocholano Mix	.69 7474F1 clone AC M2 (%) 83	10 17807	.69 474f2b Fichier :	10.4 178074	67 174F3 7807474F1		
Tr (min) Fichier Substance carac	10. 2307M etérisée : Tr (min) 17.07 16.90	11 Kétod Trr 1.597	10 17807 étiocholano Mix M1 (%)	M2 (%) 83 73	M3 (%) 59.9 49.9	.69 474f2b Fichier : [10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	M3 (9 60.7
Tr (min) Fichier Substance carac	10. 2307M ctérisée : Tr (min) 17.07	69 ixAc01 11 Kétoo Trr 1.597	10 17807 étiocholano Mix M1 (%)	.69 7474F1 clone AC M2 (%) 83	10 17807 M3 (%) 59.9	.69 474f2b Fichier : [10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	
Tr (min) Fichier Substance carac Tolérance basse Tolérance haute	10. 2307M etérisée : Tr (min) 17.07 16.90 17.24	11 Kétod Trr 1.597	10 17807 étiocholano Mix M1 (%)	M2 (%) 83 73 93	M3 (%) 59.9 49.9 69.9	Fichier : Tr (min) 17.05	10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	
Tr (min) Fichier Substance carac Tolérance basse Tolérance haute Concordance des T	10. 2307M etérisée : Tr (min) 17.07 16.90 17.24	11 Kétod Trr 1.597	10 17807 étiocholano Mix M1 (%)	M2 (%) 83 73	M3 (%) 59.9 49.9 69.9	.69 474f2b Fichier : [10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	
Tr (min) Fichier Substance carac Tolérance basse Tolérance haute Concordance des T Concordance des T	10. 2307M etérisée : Tr (min) 17.07 16.90 17.24 r :	11 Kétod Trr 1.597 1.581 1.613	10 17807 étiocholano Mix M1 (%) 100	M2 (%) 83 73 93	M3 (%) 59.9 49.9 69.9	Fichier : [Tr (min) 17.05	10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	
Tr (min) Fichier Substance carac	10. 2307M etérisée : Tr (min) 17.07 16.90 17.24 r :	11 Kétod Trr 1.597 1.581 1.613	10 17807 étiocholano Mix M1 (%) 100	M2 (%) 83 73 93 oui oui	M3 (%) 59.9 49.9 69.9 X X	Fichier : Tr (min) 17.05	10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	
Tr (min) Fichier Substance carac Tolérance basse Tolérance haute Concordance des T Concordance des T	10. 2307M etérisée : Tr (min) 17.07 16.90 17.24 r :	11 Kétod Trr 1.597 1.581 1.613	10 17807 étiocholano Mix M1 (%) 100	M2 (%) 83 73 93 oui oui	M3 (%) 59.9 49.9 69.9 X X	Fichier : Tr (min) 17.05	10.4 178074 1 1 Е	7807474F1 Chantillon M1 (%)	M2 (%)	

				Mix				I	Echantillon		
		Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		14.35	1.343	100	63.8	42.6	14.38	1.345	100	63.4	37.8
	Tolérance basse	14.21	1.330		53.8	34.08					
1	Tolérance haute	14.49	1.356		73.8	51.12					
					,						

Concordance des Tr :	oui	Х	non	
Concordance des Trr:	oui	Х	non	
Concordance globale des abondances relatives :	oui	Х	non	

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification:

E-FCR-09

Version:
Date:

31/01/2006

2/3

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS

Substance carac	térisée :	And	rostérone A	.C		Fichier:	17	807474F2b		
			Mix	-	T		· E	chantillon		
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Тп	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%
	14.62	1.367	100	42.6	30.6	14.65	1.370	100	43	30.2
Tolérance basse	14.47	1.353		34.08	24.48					
Tolérance haute	14.77	1.381		51.12	36.72					
,						_		i		
Concordance des T				oui	X	non				
Concordance des T			.'	oui	X	non				
Concordance globa	le des abond	lances relati	ves:	oui [X	non [j		
• •										
										,
Substance carac	ctérisée :	5b Andros	tane-3a,17b-	diol diAC		Fichier:	. 1	7807474F3		
			- 77:					Echantillon		
			Mix	10 (0/)	M3 (%)	Tr (min)	Тп	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	77.1	15.1	1.415	100	88.6	78.7
T 1/	15.17	1.419	100	90.4 80.4	67.1	13.1	1.415	100	33.0	
Tolérance basse	15.02	1.405		100.4	87.1					
Tolérance haute	13.32	1.433	and a six top see your of	100.1	07.12					
				oui	Х	non [
Tack combines										
Concordance des T						1 non 1		7 '		
Concordance des T	în:	lances relat	ives	oui	X	non non		-		
	în:	dances relat	ives :			non non		}		
Concordance des T	în:	dances relat	ives :	oui	X	1]		
Concordance des T	în:	dances relat	ives :	oui	X	non]		
Concordance des T	Trr: ale des abono		ives :	oui oui	X	1		17807474F	3	
Concordance des T Concordance globa	Trr: ale des abono		stane-3a,17b	oui oui	X	non]
Concordance des T Concordance globa	Tr : ale des abono actérisée :	5a Andro	stane-3a,17b Mix	oui oui	x x	non	Тп	17807474F Echantillon] M3 (
Concordance des T Concordance globa	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min)	5a Andro	stane-3a,17b Mix M1 (%)	oui oui diol diAC	X X	Fichier:	Trr 1.450	Echantillon		_
Concordance des T Concordance globa Substance cara	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57	5a Andro Trr 1.456	stane-3a,17b Mix	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5	X X X M3 (%) 48.9	non		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse	Tr (min) 15.57 15.41	5a Andro Trr 1.456 1.441	stane-3a,17b Mix M1 (%)	oui oui diol diAC	X X	Fichier:		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57	5a Andro Trr 1.456	stane-3a,17b Mix M1 (%)	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5	X X X M3 (%) 48.9 39.12	Fichier:		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73	5a Andro Trr 1.456 1.441	stane-3a,17b Mix M1 (%)	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5	X X X M3 (%) 48.9 39.12	Fichier:		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des T	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr :	5a Andro Trr 1.456 1.441	stane-3a,17b Mix M1 (%)	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5	X X X M3 (%) 48.9 39.12 58.68	Fichier: Tr (min) 15.48		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concorda	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr :	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471	Mix M1 (%) 100	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5	X X X M3 (%) 48.9 39.12 58.68	Fichier: Tr (min) 15.48		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des T	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr :	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471	Mix M1 (%) 100	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5	X X X 39.12 58.68 X X	Fichier: Tr (min) 15.48 non non		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concorda	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr :	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471	Mix M1 (%) 100	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5	X X X 39.12 58.68 X X	Fichier: Tr (min) 15.48 non non		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance des Concordance glob	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : Trr : ale des abon	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela	Mix M1 (%) 100	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 0ui oui	X X X 39.12 58.68 X X	Fichier: Tr (min) 15.48 non non non		Echantillon M1 (%) 100	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concorda	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : Trr : ale des abon	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela	Mix M1 (%) 100	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 0ui oui	X X X 39.12 58.68 X X	Fichier: Tr (min) 15.48 non non		Echantillon M1 (%)	M2 (%)	_
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance des Concordance glob	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : Trr : ale des abon	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela	Mix M1 (%) 100 tives:	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 0ui oui	X X X 39.12 58.68 X X	Fichier: Tr (min) 15.48 non non non		Echantillon M1 (%) 100 17807474	M2 (%) 61	50.
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance des Concordance glob	Tr : ale des abono actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : Trr : ale des abon actérisée :	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela	Mix M1 (%) 100 tives:	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5 oui oui oui	X X X 39.12 58.68 X X X	richier: Tr (min) 15.48 non non non Fichier:		Echantillon M1 (%) 100 17807474 Echantillo M1 (%)	M2 (%) 61	50.
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance des Concordance glob	Tr : ale des abonc ctérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : Tr : ale des abon actérisée :	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela 5b Prég	Mix M1 (%) 100 tives: mane-3a,20a- Mix M1 (%)	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5 oui oui oui diol diAC	X X X 39.12 58.68 X X X	richier: Tr (min) 15.48 non non non Fichier:	1.450	Echantillon M1 (%) 100 178074741 Echantillo M1 (%)	M2 (%) 61	50.
Concordance des Toncordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance glob Substance cara	Tr : ale des abonc actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : ale des abon actérisée : Tr (min) 19.2	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela 5b Prég Trr 1.796	Mix M1 (%) 100 tives:	oui oui oui M2 (%) 58.5 48.5 68.5 oui oui oui diol diAC	X X X 39.12 58.68 X X X	richier: Tr (min) 15.48 non non non Tr (min)	1.450	Echantillon M1 (%) 100 178074741 Echantillo M1 (%)	M2 (%) 61	M3 (50)
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance glob Substance cara Tolérance basse	Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : rale des abond actérisée : Tr (min) 19.2 19.01	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela 5b Prég Trr 1.796 1.778	Mix M1 (%) 100 tives: mane-3a,20a- Mix M1 (%)	oui oui diol diAC M2 (%) 58.5 48.5 68.5 oui oui oui diol diAC	X X X 39.12 58.68 X X X X	richier: Tr (min) 15.48 non non non Tr (min)	1.450	Echantillon M1 (%) 100 178074741 Echantillo M1 (%)	M2 (%) 61	50 M3
Concordance des Toncordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance glob Substance cara	Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : rale des abond actérisée : Tr (min) 19.2 19.01	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela 5b Prég Trr 1.796	Mix M1 (%) 100 tives: mane-3a,20a- Mix M1 (%)	oui oui oui M2 (%) 58.5 48.5 68.5 oui oui oui M2 (%) 56.3 46.3	X X X 39.12 58.68 X X X X	richier: Tr (min) 15.48 non non non Tr (min)	1.450	Echantillon M1 (%) 100 178074741 Echantillo M1 (%)	M2 (%) 61	50 M3
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute Concordance des Concordance glob Substance cara Tolérance basse	Tr : ale des abond actérisée : Tr (min) 15.57 15.41 15.73 Tr : ale des abond actérisée : Tr (min) 19.2 19.01 19.39	5a Andro Trr 1.456 1.441 1.471 dances rela 5b Prég Trr 1.796 1.778	Mix M1 (%) 100 tives: mane-3a,20a- Mix M1 (%)	oui oui oui M2 (%) 58.5 48.5 68.5 oui oui oui M2 (%) 56.3 46.3	X X X 39.12 58.68 X X X X	richier: Tr (min) 15.48 non non non Tr (min)	1.450	Echantillon M1 (%) 100 178074741 Echantillo M1 (%)	M2 (%) 61	50 M3

oui

Concordance globale des abondances relatives :

USADA 0150

non

LNDD			ENRE	EGISTREM	MENT		Codification : Date:		E-FCR-09 A 31/01/2000 3	
FICHE D'AN	NALYSE / R	ESULTA?	T ANALYS	E QUALI	TATIVE	GC/MS PO	UR CONF	IRMATIO	N GC/C/II	RMS
Substance carac	ctérisée :				1	Fichier:	<u> </u>			
					1 .	, ,				
			Mix					Echantillon		
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
			100				L	100		
Tolérance basse	<u> </u>									
Tolérance haute			i i i i i i i i i i i i i i i i i i i			, , ,				
Concordance des T				oui		non	<u> </u>	1		
Concordance des T				oui		non		1 .		
Concordance globa		ances relat	ives :	oui		non				
						•				
			٠.							
					1					
Substance carac	ctérisée :					Fichier:]
			Mix	· · · · · ·		<u> </u>		Echantillon		
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
	II (IIIII)		100	1,12 (75)	1125 (75)		7	100	1	
Tolérance basse										
Tolérance haute										
	<u>.</u>					1		· ·		
Concordance des T				oui oui		non		-		;
Concordance des 1	rr ·			0111						
		moss relat	ivec .			non				
Concordance globa		ances relat	ives:	oui		non		<u> </u>		
		ances relat	ives:			-				
		ances relat	ives:			-]		
	ale des abonda	ances relat			ļ 	-				
Concordance globa	ale des abonda	ances relat	ives :			-				
Concordance globa Paraphe et code op	ale des abond					-				
Concordance globa	ale des abond					-				
Paraphe et code op	ale des abonda pérateur :	ole :	49	oui		non				
Concordance globa Paraphe et code op	ale des abonda pérateur :	ole :	49			-				
Paraphe et code op Partie à remplir par Caractérisation for	er le responsab	ole:	49	oui		non				
Paraphe et code op	er le responsab	ole:	49	oui		non				
Paraphe et code op Partie à remplir par Caractérisation for	er le responsab	ole:	49	oui		non				
Paraphe et code op Partie à remplir par Caractérisation for	er le responsab	ole:	49	oui		non				

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

2.4.2 Isotopic ratio analysis

LNDD

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN -41

Version: B

Date :28/10/2005

1/2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

COLONNE

Type:

Longueur:

Diamètre interne:

Epaisseur du film:

DB17-MS JW Scien 122.4732

30m

0.25mm 0.25μm

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

INJECTION

Mode:

Température injecteur: Volume injecté:

Solvants de rinçage ALS:

Splitless (insert splitless)

280°C 1μl-4μl

Solvant A: Acétonitrile

Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

2 8 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale: Gradient de température:

Gradient de temperature

70°C pendant 1 min
70->271°C à 30°C/min
271°C->281°C à 0.6°C/min
281°C pendant 3 min
281->300°C à 5°C/min

Température finale: Temps d'analyse: Pression constante:

300°C pendant 5 min 45 min Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à eau:

Ligne de transfert: Four à combustion: -100°C 350°C 850°C CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:

Programmation de l'acquisition:

ions 44, 45 et 46

Temps d'acquiqition total:2580s

à 100s RG open

à 130s RG close

à 160s RG open à 190s RG close

à 220s RG open

à 250s RG close

à 750s HS close

à 2000s HS open à 2400s RG open

à 2430s RG close

à 2460s RG open à 2490s RG close

à 2510s RG open

à 2540s RG close

Batch Data Processing Results

```
T ta File Name
                                                                : 230706
      Autorun Setup File Name : 230706
    Slank Subtraction : Disabled
   Background Subtraction : Disabled
     Reference Gas : Enabled
   Ref Gas Delta (C13) : -34.50
Ref Gas Delta (O18) : -19.30
Current Time : 21:23:49
Current Date : 23/07/06
                  Sample Details Elemental Isotopic
      No. Name Weight Ref % Comp Delta (mg) Type (C) (C13) (O18)
      No. Name
        l stabilite 1
                                                                                                             0.000 Sam
    2 stabilite 2 0.000 Sam 0.000 Sam
3 stabilite 3

4 Mix cal IRMS 003-1

5 Mix cal IRMS 003-2

6 Mix cal IRMS 003-3

7 Mix cal Acetate 001A-100ng inj

8 Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul

9 178/07 995474 F3/45ul inj 1ul

10 Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul

11 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul

12 Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul

13 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul

14 Mix Cal Acetate 001A-2

0 .000 Sam

-30

0 .
                  Sample Details
                                                                                                   Weight Ref Atom % Atom % XS (mg) Type (C13) (C13)
 No. Name
  1 stabilite 1
                                                                                                      0.000 Sam
2 stabilite 2
3 stabilite 3
                                                                                                         0.000 Sam
0.000 Sam
   4 Mix cal IRMS 003-1
5 Mix cal IRMS 003-2
6 Mix cal IRMS 003-3
                                                                                               0.000 Sam 1.07659 -0.0346
0.000 Sam 1.07582 -0.0354
0.000 Sam 1.07651 -0.0347
      7 Mix cal Acetate 001A-100ng inj
                                                                                                                                             0.000 Sam 1.08310 -
     8 Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul
                                                                                                                                         0.000 Sam 1.07733 -0.
    9 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul
                                                                                                                                             0.000 Sam 1.07699 -0
                                                                                                                                           0.000 Sam 1.07809 -0.

0.000 Sam 1.07812 -0

0.000 Sam 1.07960 -0
     10 Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul
 11 178/07 995474 F1/50ul inj lul
12 Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul
                                                                                                                                                0.000 Sam 1.07095 -
Sam -25.21
    13 178/07 995474 F2/400ul inj lul
    14 Mix Cal Acetate 001A-2
                                                                                                                     0.000 Sam
           Séquence vérifiée par : ...49
            Remarques: .....
```

25.00 24,00 23,00 22,00 21,00 --- 11 kétoétiocholanolone AC 20,00 19.00 using AcqMethod MAN_52.M dans 100µL 18.00 TIC: blu1F1.D Fraction 16.00 :D:\Msd22\Juil06\2307\blulF1.D : 49 : 23 Jul 2006 12:10 using : MSD22 : Blu 1 F1 : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fract 15.00 14.00 --- 5a Androstanol AC (SI) 11.00 File Decrator Sequired Sample Name: Misc Info Suisc Info Suisl Number: 10.00 Abundance 7000000 2000000 3500000 1500000 1000000 8000000 7500000 6500000 6000000 200000 5500000 4000000 2500000 2000000 4500000 3000000 Time-->

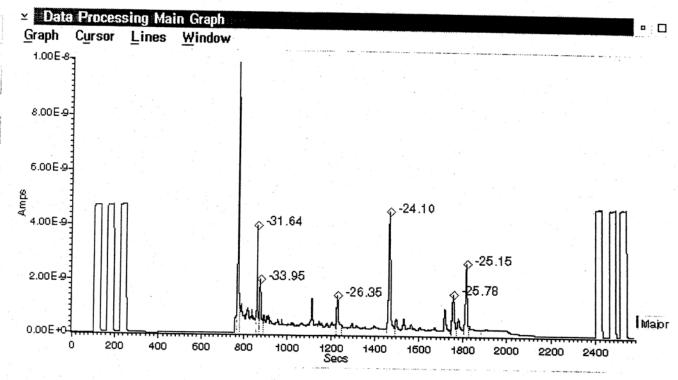
```
Data File Name
                : DATA 010
Folder
               : 230706
 Sample Name
               : Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul
Sample ID
Sample Position : 5
Injection Size : 0.0000
               : Sam
Sample Type
Method
                : M-AN-41
Batch Name
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 13:11:34 Date : 23/07/06
Current Time : 13:56:19 Date : 23/07/06
             Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 =
                 -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
             Major
                         Ratio 2/1
                                     Ratio 3/1
  122.6
           8.633E-8
                         1.1780E-2
                                      4.2529E-3
  182.6
         8.640E-8
                      1.1780E-2
                                     4.2531E-3
  242.7
            8.674E-8
                        1.1780E-2
                                   4.2530E-3
 2423.5
           8.603E-8
                        1.1779E-2
                                     4.2523E-3
 2483.5
           8.553E-8
                         1.1779E-2
                                     4.2524E-3
 2533.5
            8.673E-8
                         1.1780E-2
                                     4.2528E-3
Std Dev Of Fit
                        1.5656E-7
                                         1.9660E-7
    Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO<sub>2</sub>
  Time
        Height
                                      3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
                 Area
                            2/1
  867.0 3.68E-9 1.5842E-8 1.1815E-2 4.1787E-3 -30.80 -58.95
                                                               -36.42
 1473.5 3.27E-9 3.4193E-8 1.1885E-2 4.1658E-3 -24.55 -59.30
                                                               -39.40
1763.2 1.29E-9 1.4952E-8 1.1865E-2 4.1785E-3 -26.44
                                                      -58.27
                                                               -36.43
                                                                        17
 1826.6 3.77E-9 4.6201E-8 1.1879E-2 4.1729E-3 -25.16 -57.89
                                                               -37.73
                                                                        16
```

Optima GC 1.67-2 - Manual DP <u>V</u>iew Calculate Report Parameters <u>File</u> <u>Edit</u> Status <u>H</u>elp Data Filename: DATA_010 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 13:11:34 Comment: Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul: Parameters Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₇ 8.00E-9-6.00E.9-4.00E-9-_& -30.80 ₼-24.55 2.00E-9-26.44 Major 0.00E+0-200 1200 Se⇔ 400 600 1000 800 1400 1500 1800 2000 2200 2400

25.00 24.00 23,00 22.00 21.00 ---- 11 kétoétiocholanolone AC 20,00 using AcqMethod MAN_52.M TIC: 17807474F1.D \$ \$ 17,00 1 dans 100µL File :D:\Msd22\JuilO6\2307\17807474F1.D
Operator : 49
Acquired : 23 Jul 2006 12:42 using AcqN
Instrument : MSD22
Sample Name: 178/07 995474 F1
Misc Info : 178/07 995474 Fraction 1 dans 10C 14.00 Monoral Manuel Land --- 5a Androstanol AC (SI) 13,00 12.00 1.00 1000000 WWW LAN LAMA JULI 10.00 Abundance 2e+071 1.9e+07 0000006 1.8e+07 1.7e+07 1.6e+07 1.4e+07 1.3e+07 1.2e+07 1.1e+07 1e+07 4000000 3000000 2000000 8000000 2000000 0000009 5000000 1.5e+07 Time-->

```
Data File Name
                : DATA 011
Folder
                : 230706
Sample Name
               : 178/07 995474 F1/50ul inj lul
Sample ID
Sample Position : 6
Injection Size : 0.0000
Sample Type
                : Sam
Method
                : M-AN-41
Batch Name
Batch Name :
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 13:56:22 Date : 23/07/06
Current Time : 12:23:08 Date : 24/07/06
              Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
             Major
                                      Ratio 3/1
                          Ratio 2/1
  122.6
                        1.1780E-2
           8.557E-8
                                      4.2530E-3
                     1.1779E-2
1.1779E-2
1.1780E-2
  182.6
           8.541E-8
                                      4.2529E-3
  242.7
           8.559E-8
                                      4.2528E-3
                                    4.2528E-3
 2423.5
            8.570E-8
2483.5
           8.477E-8
                                      4.2526E-3
                          1.1779E-2
 2533.5
            8.552E-8
                          1.1779E-2
                                      4.2525E-3
Std Dev Of Fit
                         4.6711E-7
                                          1.1648E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
 Time Height
                             2/1
                                      3/1
                 Area
                                               dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
 778.0 1.02E-8 5.1128E-8 1.1786E-2 4.1817E-3 -33.40 -55.27 -35.72 867.0 4.02E-9 2.3358E-8 1.1807E-2 4.1997E-3 -31.64 -54.92 -31.57 881.6 2.01E-9 1.9104E-8 1.1783E-2 4.2233E-3 -33.95 -54.82 -26.11
 1236.3 1.47E-9 1.4752E-8 1.1868E-2 4.2016E-3 -26.35 -53.09
                                                                 -31.14
                                                                          9
 1478.2 4.55E-9 5.1339E-8 1.1890E-2 4.1691E-3 -24.10 -51.64
                                                               -38.62
                                                                          10
 1764.6 1.56E-9 1.7786E-8 1.1872E-2 4.1715E-3 -25.78 -49.65
                                                                 -38.06
                                                                          10
 1824.1 2.65E-9 2.5363E-8 1.1878E-2 4.1684E-3 -25.15 -49.23
                                                                -38.77
```

Optima GC 1.67-2 - Manual DP File Edit <u>V</u>iew Calculate Report **Parameters** Status Help Data Filename: DATA_011 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 13:56:22 Comment: 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul: **Parameters** Automatic DP Params



24.00 23,00 20.00 19.00 using AcqMethod MAN_52.M dans 400µL 18.00 TIC: blu1F2.D 17,00 Etiocholanolone AC --- Androstérone AC N 4 Fraction 16.00 :D:\Msd22\JuilO6\2307\blu1F2.D : 49 : 23 Jul 2006 13:15 using Ac : MSD22 e: Blu 1 F2 : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fract'-r: 6 15,00 14.00 -- 5a Androstanol AC (SI) 13.00 12.00 11.00 Sample Name: Misc Info : Vial Number: Operator Acquired Instrument 0000006 7000000 1.3e+07 1.2e+07 1e+07 1000000 1.1e+07 1.5e+07 8000000 0000009 5000000 3000000 2000000 1.4e+07 4000000 Time->

```
Data File Name : DATA_012
Folder
                 : 230706
 Sample Name
                 : Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul
 Sample ID
 Sample Position : 7
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
 Method
                   : M-AN-41
Batch Name
Batch Name : RunTime User : micromass
Acquisition Time : 14:41:06 Date : 23/07/06
Current Time : 16:02:44 Date : 23/07/06
               Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
            Major Ratio 2/1 Ratio 3/1
8.634E-8 1.1779E-2
            Major Ratio 2/1
8.634E-8 1.1779E-2 4.2525E-3
8.646E-8 1.1779E-2 4.2529E-3
8.648E-8 1.1779E-2 4.2529E-3
8.572E-8 1.1779E-2 4.2526E-3
8.565E-8 1.1778E-2 4.2526E-3
9.561E-8 1.1779E-2 4.2529E-3
  Time
  122.5
  182.6
  242.6
 2423.4
 2483.4
 2533.5
Std Dev Of Fit
                     2.0409E-7
                                                1.7605E-7
   Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
                               2/1 3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  Time Height Area
868.0 2.74E-9 1.4334E-8 1.1823E-2 4.1667E-3 -29.94 -65.47 -39.17
1231.7 4.52E-9 3.4691E-8 1.1876E-2 4.1668E-3 -25.34 -63.44
1257.2 5.33E-9 4.1709E-8 1.1880E-2 4.1670E-3 -24.98 -63.15
                                                                        -39.15
                                                                                   21
                                                                         -39.11
```

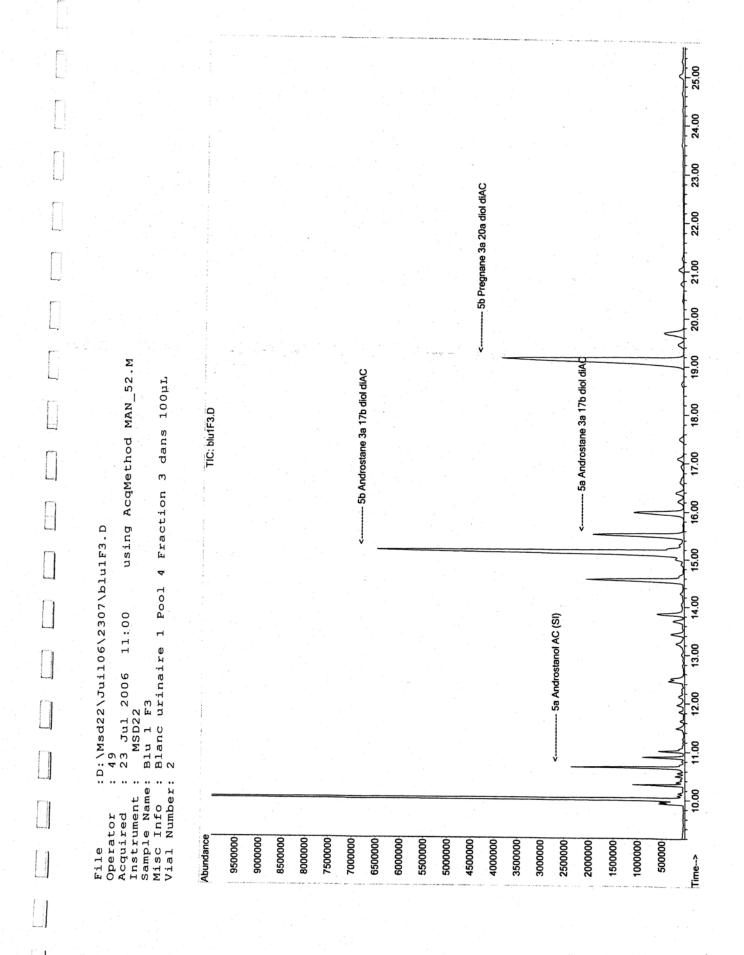
Optima GC 1.67-2 - Manual DP <u>File Edit View Calculate Report Parameters</u> Status <u>H</u>elp Data Filename: DATA_012 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 14:41:06 Comment: Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul: **Parameters** Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E.9-6.00E9-25.34 4.00E-9-→-29.94 2.00E-9-Major 0.00E+0-1000 200 400 600 1200 Se⊗ 800 1400 1600 1800 2000 2200 2400

25,00 24,00 23,00 21.00 20,00 19,00 using AcqMethod MAN_52.M TIC: 17807474F2b.D 18.00 - Etiocholanolone AC Androstérone AC 17,00 :D:\Msd22\JuilO6\2307\l7807474F2b.D : 49 : 23 Jul 2006 14:33 using AcqMetl : MSD22 : 178/07 995474 F2 : 178/07 995474 Fraction 2 dans 400µL : 7 15.00 14.00 -- 5a Androstanol AC (SI) 13.00 12,00 11.00 Sample Name: Misc Info : Vial Number: 10.00 Operator Acquired Instrument 0000006 1e+07 Abundance 1.1e+07 8000000 2000000 0000009 5000000 4000000 3000000 2000000 1000000 1.2e+07 Time-->

١.

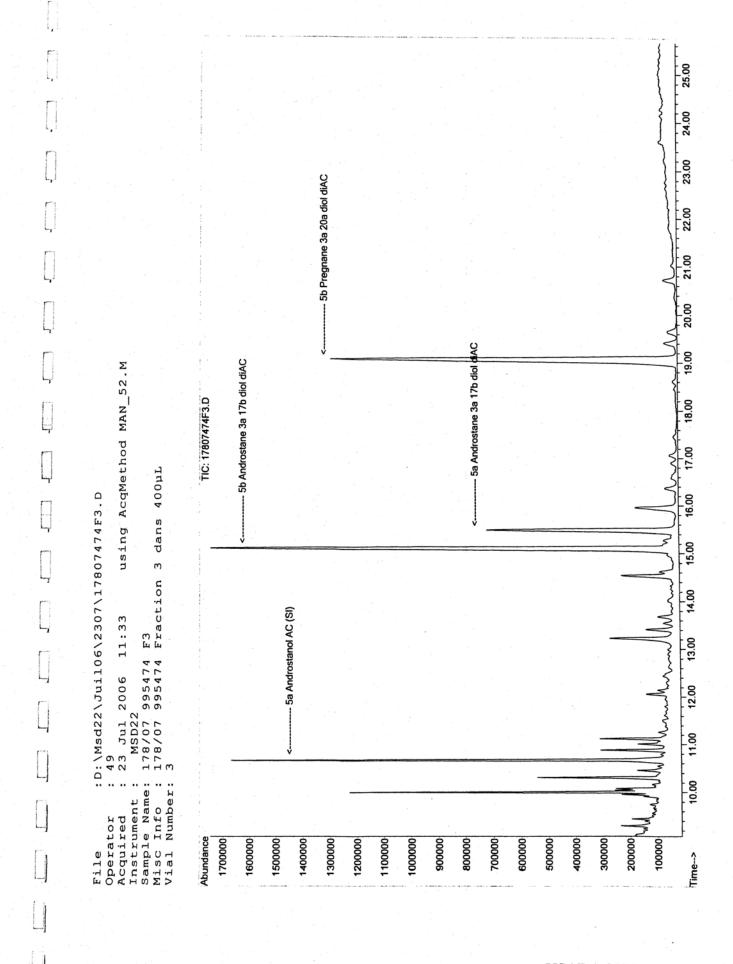
```
Data File Name
               : DATA 013
              : 230706
Folder
Sample Name
             : 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul
Sample ID
 Sample Position : 8
Injection Size : 0.0000
Sample Type
             : Sam
Method
               : M-AN-41
Batch Name
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 15:25:49 Date : 23/07/06
Current Time : 16:10:31 Date : 23/07/06
            Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
            Major
                        Ratio 2/1
                                    Ratio 3/1
  122.6
           8.603E-8
                        1.1780E-2
                                    4.2535E-3
  182.6
           8.588E-8
                        1.1779E-2
                                    4.2537E-3
          8.578E-8
  242.6
                    1.1779E-2
                                   4.2536E-3
 2423.5
           8.471E-8
                        1.1779E-2
                                 4.2525E-3
 2483.5
           8.452E-8
                        1.1778E-2
                                   4.2521E-3
 2533.5
           8.511E-8
                        1.1777E-2
                                   4.2522E-3
Std Dev Of Fit
                       4.5694E-7
                                       1.4227E-7
    Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO<sub>2</sub>
  Time
      Height
                           2/1
                                 3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
                 Area
               866.0 2.17E-9 9.6593E-9 1.1822E-2 4.1703E-3 -30.07 -63.69
                                                            -38.44
 1229.7 3.95E-9 3.1256E-8 1.1863E-2 4.1661E-3 -26.43 -60.89
                                                            -39.38
                                                                    18
 1254.3 3.39E-9 2.5932E-8 1.1849E-2 4.1704E-3 -27.71 -60.19
                                                            -38.39
                                                                    18
 1288.3 3.55E-9 2.9815E-8 1.1797E-2 4.1768E-3 -32.28 -59.25
                                                            -36.88
                                                                    17
```

UP Optima GC 1.67-2 - Manual DP Edit View Calculate Report Parameters Status File <u>H</u>elp Data Filename: DATA_013 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 15:25:49 Comment: 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul **Parameters** Automatic DP Params Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E-9-1 6.00E-9-Amps 4.00E-9 o -26.43 op 29278 -30.07 2.00E-9-Major 0.00E+0 200 400 1200 Secs 600 008 1000 1400 1500 1800 2000 2200 2400



```
Data File Name
                 : DATA 008
Folder
                 : 230706
 Sample Name
                 : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul
 Sample ID
 Sample Position : 3
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type
                : Sam
 Method
                 : M-AN-41
 Batch Name
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 11:40:11 Date : 23/07/06
 Current Time : 12:28:05 Date : 23/07/06
              Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
              Major
                          Ratio 2/1
                                        Ratio 3/1
  122.6
            8.660E-8
                          1.1780E-2
                                        4.2525E-3
  182.6
             8.668E-8
                          1.1781E-2
                                        4.2527E-3
                        1.1781E-2
  242.6
            8.673E-8
                                       4.2531E-3
                                      4.2534E-3
  2423.5
            8.560E-8
                          1.1783E-2
            8.558E-8
 2483.5
                          1.1782E-2
                                      4.2529E-3
  2533.5
            8.621E-8
                         1.1782E-2
                                        4.2533E-3
Std Dev Of Fit
                         5.9183E-7
                                           2.6505E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
  Time
       Height
                  Area
                             2/1
                                        3/1
                                                dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  798.5 2.00E-8 1.2123E-7 1.1616E-2 4.4640E-3 -50.60 -61.70 29.47
  867.4 6.17E-9 3.4892E-8 1.1822E-2 4.2211E-3 -30.66 -62.20
 1244.7 2.49E-9 2.1148E-8 1.1848E-2 4.1951E-3 -28.25 -63.83
1306.2 7.10E-9 6.5412E-8 1.1854E-2 4.1696E-3 -27.54 -63.93
                                                               -26.65
                                                                          11
                                                                 -32.67
 1336.6 2.32E-9 1.8245E-8 1.1845E-2 4.1806E-3 -28.40 -63.99
                                                                 -38.55
                                                                          19
                                                                 -36.03
                                                                          19
 1375.6 1.42E-9
                 1.2239E-8 1.1852E-2 4.1854E-3
                                                -27.78 -64.02
1651.5 3.59E-9 3.9165E-8 1.1864E-2 4.1692E-3 -26.65 -63.59
                                                                 -34.91
                                                                          19
                                                                 -38.67 20
```

UP Optima GC 1.67-2 - Manual DP Calculate Report Parameters <u>File</u> Edit View Status Help Data Filename: DATA_008 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 11:40:11 Comment : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul : **Parameters** Automatic DP Params Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E-93 ₼-30.66 6.00E.94 & E 4.00E.9-_€-26.65 28<u>.2</u>5.40 2.00E-9-1 -27.78 0.00E+0 200 1200 Secs 400 600 800 1000 1400 1600 1800 2000 2200



```
Data Processing Results
 Data File Name
                : DATA 009
Folder
                : 230706
 Sample Name
                : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul
Sample ID
                :
 Sample Position : 4
Injection Size : 0.0000
Sample Type
              : Sam
 Method
               : M-AN-41
Batch Name
RunTime User
               : micromass
 Acquisition Time : 12:24:59 Date : 23/07/06
Current Time : 16:08:12 Date : 23/07/06
             Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
              Major
                         Ratio 2/1
                                      Ratio 3/1
            8.494E-8
                                   4.2529E-3
  122.6
                         1.1782E-2
                                    4.2530E-3
  182.6
            8.494E-8
                         1.1782E-2
                                    4.2527E-3
  242.6
            8.494E-8
                         1.1781E-2
 2423.5
            8.443E-8
                         1.1780E-2
                                     4.2518E-3
 2483.5
           8.453E-8
                         1.1779E-2
                                     4.2517E-3
 2533.5
           8.566E-8
                         1.1779E-2
                                     4.2520E-3
Std Dev Of Fit
                       5.6232E-7
                                        1.7469E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
  Time Height
                            2/1
                                     3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
                Area
  795.1 5.07E-9 2.5669E-8 1.1880E-2 4.2100E-3 -25.45 -55.46 -29.16
  827.1 2.21E-9 1.0385E-8 1.1883E-2 4.2270E-3 -25.34 -55.50
                                                               -25.22
                                                                        6
  867.4 6.75E-9 3.0380E-8 1.1826E-2 4.1857E-3 -30.05 -55.38
                                                                        7
                                                               -34.74
 1304.7 5.53E-9 4.6362E-8 1.1838E-2 4.1673E-3
                                              -28.82 -53.62
                                                               -38.95
                                                                        11
 1337.2 2.59E-9 2.1591E-8 1.1800E-2 4.1700E-3
                                              -32.12 -53.42
                                                               -38.31
                                                                        12
 1652.0 3.25E-9 3.7635E-8 1.1862E-2 4.1682E-3
                                              -26.61
                                                     -51.12
                                                               -38.72
                                                                        12
```

Optima GC 1.67-2 - Manual DP <u>File Edit View Calculate Report Parameters</u> Status Help Data Filename: DATA_009 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 12:24:59 Comment: 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul: **Parameters** Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₇ 8.00E-94 -30.05 6.00E-9-₆-28.82 25.45 4.00E-9--26.61 25.34 2.00E-9-Major 0.00E+0 200 400 1200 Se⊗ 600 800 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400

Lì	NDD	E	NREGISTR	EMENT	Versio	cation : E-CC-10 n +- C -09/05/2006	
VERI	FICATIO	N DES PER	FORMANC	ES INSTRIB	VIENTA LIBO	H/2 EN CONFIRMA	
			.C(G/C/TRMS	Section of the sectio	EN CONFIRMA	TION
					ng profession and management		
	NT (
	Numero	d'echantillor	!A.F.l	¥92¢	1171 1	•	····
	Numéro	d'identificat	on de l'appar	eil :£&co	une 1		
			nation :		73 / 1 5		
1. Tune							
Spécification	: plateau du	peack Centre	e≥ 10 V				
Tune conform		oui	39. 1	non			ζ. :

1					
	Spécification: écart mesuré e	ntre valeur maximale	et valeur	minimale du ro	io 2/1
					10 2/1
,	Stabilité conforme :	oui 🔾	non	178.58	٠,

3. Précision de l'instrument

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

2. Stabilité de l'instrument

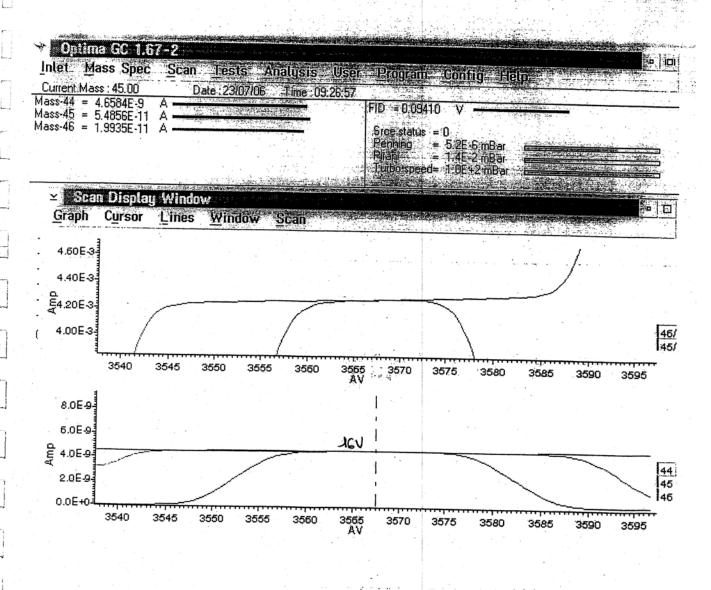
	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-34,61	2K#		
Ecart-type	2(10	୍ୟୁଷ	0,10	6/13

ļ.,	Spécification: écart-type d'	au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %	ρο
	Précision conforme :	oui 🔍	non

≤ 0.5 ‰

	LNDD	ENRE	GISTREMENT	Codification Version C Date: 09/05/	2006
	VERIFICATIO	ON DES PERFOR	MANCES INSTRI CG/C/IRMS	JMENTALES EN C	2/2 ONFIRMATION
1	ibration de l'insti	5 m 24 m			
	s obtenues (%)	Cal Acétate:		•••	
		5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	I 11 Vároni - 1
-	Data opt	- 30,159	- Jo jo,	- 33,40	O. C.
	Data 14	- 36,56	- 10,13	-33,50	P3:31-
Valeurs	théoriques + 0.5% théoriques - 0.5%	-29.96 -30.96	-19.41 -20.41	-33:31 -34.31	-16.30 -15.80 -16.80
Résultat	s conformes :	oui ≪	non		
Observati	ons:	Résultats	CONFORME / NO Rayer la mentio	ON CONFORME on inutile	
			<u>Validation</u>		
· ;					
	O _I	pérateur		Responsable	
	O _I	Code et Vis	a Da		le et Visa

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.



```
Data Processing Results
 Data File Name : DATA 003
 Folder
                        : 230706
 Sample Name : stabilite 3
Sample ID :
 Sample Position : 3
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method : CO2-STAB
Batch Name : 230706
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 09:50:48 Date : 23/07/06 Current Time : 10:01:52 Date : 23/07/06
                      Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1 42.5 8.459E-8 1.1780E-2 4.2498E-3 102.5 8.466E-8 1.1780E-2 4.2496E-3 162.5 8.456E-8 1.1780E-2 4.2494E-3 222.6 8.442E-8 1.1780E-2 4.2494E-3 282.6 8.499E-8 1.1779E-2 4.2495E-3 342.6 8.562E-8 1.1779E-2 4.2498E-3 402.6 8.627E-8 1.1779E-2 4.2500E-3 462.7 8.632E-8 1.1780E-2 4.2503E-3 522.7 8.640E-8 1.1780E-2 4.2506E-3 582.7 8.618E-8 1.1780E-2 4.2511E-3
    Time
                     Major
                                         Ratio 2/1
                                                              Ratio 3/1
Std Dev Of Fit
                                     5.2114E-7
                                                               3.2526E-7
       Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction
CO2
 Time Height
                                          2/1 3/1 dC13Pk
                        Area
```

```
Data File Name
                : DATA 004
Folder
                : 230706
```

Sample Name : Mix cal IRMS 003-1

Sample ID

Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam Method : M-AN-38 Batch Name Batch Name : 230706 RunTime User : micromass

Acquisition Time : 10:01:53 Date : 23/07/06 Current Time : 10:17:37 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.584E-8	1.1782E-2	4.2517E-3
102.5	8.610E-8	1.1781E-2	4.2518E-3
742.8	8.466E-8	1.1781E-2	4.2505E-3
802.8	8.551E-8	1.1780E-2	4.2508E-3

Std Dev Of Fit.

1.4024E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

C	02 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
	255.7 347.0	4.55E-9 4.99E-9	1.5439E-8 1.5465E-8	1.1844E-2 1.1803E-2	4.1720E-3 4.1833E-3 4.1717E-3 4.1565E-3	-28.45 -31.96	-37.68 -35.04 -37.68 -41.13

```
Data File Name : DATA 005
Folder : 230706
Sample Name : Mix cal IRMS 003-2
Sample ID :
Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-38
Batch Name : 230706
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 10:17:39 Date : 23/07/06
Current Time : 10:48:38 Date : 23/07/06
```

```
Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
```

	Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
1	42.6	8.531E-8	1.1780E-2	4.2517E-3
a	102.6	8.503E-8	1.1781E-2	4.2516E-3
	742.8	8.519E-8	1.1781E-2	4.2515E-3
	802.9	8.535E-8	1.1781E-2	4.2517E-3

```
Std Dev Of Fit
```

1.1951E-7

1.2352E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2	ne Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	d018Pk
L) 256	0.1 4.41E-9 5.0 3.29E-9 5.7 3.56E-9 2.7 2.94E-9	9.8960E-9 1.0850E-8	1.1845E-2 1.1801E-2	4.1762E-3 4.1747E-3	-28.28 -32.13	-37.95 -36.73 -37.07 -39.26

```
Data File Name
                 : DATA_006
 Folder
                 : 230706
Sample Name
Sample ID
                 : Mix cal IRMS 003-3
  Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type
                 : Sam
  Method
                 : M-AN-38
 Batch Name
                 : 230706
: micromass
 RunTime User
 Acquisition Time : 10:33:24 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:49:07 Date : 23/07/06
```

```
Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
Time
         Major
                      Ratio 2/1
                                  Ratio 3/1
 42.6
        8.547E-8
                      1.1781E-2 4.2518E-3
102.5
         8.560E-8
                      1.1781E-2
                                 4.2520E-3
742.8
         8.464E-8
                      1.1781E-2
                                  4.2511E-3
802.9
        8.481E-8
                     1.1780E-2 4.2510E-3
```

Std Dev Of Fit

4.0299E-7

1.5020E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2						
Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
255.2 346.5	5.78E-9 4.35E-9 4.74E-9 4.26E-9	1.4943E-8 1.4336E-8	1.1842E-2 1.1803E-2	4.1698E-3 4.1838E-3 4.1712E-3 4.1602E-3	-28.65 -31.95	-38.23 -34.98 -37.86 -40.36

```
Data Processing Results
  Data File Name
                   : DATA 007
  Folder
                   : 230706
  Sample Name
                   : Mix cal Acetate 001A-100ng inj
Sample ID
  Sample Position : 2
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
 Method
                  : M-AN-41
 Batch Name
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 10:53:36 Date : 23/07/06
 Current Time : 11:39:17 Date : 23/07/06
                Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
   Time .
               Major
                            Ratio 2/1
                                           Ratio 3/1
   122.5
             8.609E-8
                            1.1781E-2
                                        4.2521E-3
   182.6
            8.616E-8
                            1.1781E-2 4.2522E-3
   242.6
             8.618E-8
                            1.1781E-2 4.2523E-3
  2423.4
             8.509E-8
                          1.1781E-2
                                          4.2519E-3
  2483.5
             8.465E-8
                            1.1781E-2
                                           4.2516E-3
  2533.4
              8.528E-8
                            1.1780E-2
                                          4.2520E-3
Std Dev Of Fit
                           1.7125E-7
                                              1.7134E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
  Time
        Height
                    Area
                               2/1
                                           3/1
                                                     dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  866.6 4.79E-9 2.0679E-8 1.1821E-2 4.1654E-3 -30.29 -68.47
 1229.8 4.79E-9 3.7785E-8 1.1938E-2 4.1666E-3
1302.2 3.63E-9 2.8202E-8 1.1782E-2 4.1663E-3
1473.8 3.17E-9 3.2254E-8 1.1976E-2 4.1665E-3
                                                    -20.01 -66.70
                                                                     -39.05
                                                                               24
                                                   -33.70 -66.54
                                                                    -39.08
                                                                               24
                                                    -16.69 -66.30
                                                                     -39.06
```

View Calculate Reports Parameters Status Fields Data Filename: DATA_007 Date : 23/07/06 Comment: Mix cal Acetate 001A-100ng inj **Parameters** Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E@ 6.00E-9--30.29 6-20.01 4.00E-9--33.70 φ-16.69 2.00E.94 Major 0.00E+0 1200 Secs 400 600 008 1000 1400 1600 1800 2000 2200

P Optima GC 1.67-2 - Manual DP

Data Processing Results

```
Data File Name
                : DATA 014
                 : 230706
 Folder
  Sample Name
                : Mix Cal Acetate 001A-2
Sample ID
 Sample Position : 2
Injection Size : 0.0000
               : Sam
  Sample Type
Method
                : M-AN-41
Batch Name
                : 230706
  RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 20:39:04 Date : 23/07/06
Current Time : 14:24:44 Date : 24/07/06
              Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
   Time
              Major
                          Ratio 2/1
                                     Ratio 3/1
                                    4.2533E-3
   122.6
            8.663E-8
                          1.1777E-2
                                    4.2533E-3
            8.686E-8
   182.6
                          1.1778E-2
   242.6
                         1.1777E-2
            8.696E-8
                                     4.2538E-3
  2423.5
            8.634E-8
                        1.1776E-2
                                     4.2523E-3.
           8.613E-8
                          1.1776E-2
  2483.5
                                      4.2525E-3
                                    4.2530E-3
  2533.4
            8.650E-8
                         1.1776E-2
 Std Dev Of Fit
                         2.3526E-7
                                        3.3647E-7
      Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
```

	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk d0	18
	1228.5 1301.0	4.07E-9 3.09E-9	1.7744E-8 2.9964E-8 2.3587E-8 2.6828E-8	1.1932E-2 1.1776E-2	4.1684E-3 4.1712E-3	-20.22 -33.90	-65.52 -65.65	-39.38 -38.89 -38.19 -38.15	24 24
alah .									

De Optima GC 1.67-2 - Manual DP <u>File Edit View</u> Calculate Report Parameters Status Help Folder : 230706 Filename: DATA_014 Data Time : 20:39:04 Date : 23/07/06 Comment: Mix Cal Acetate 001A-2: 230706 Automatic DP Params Parameters ≤ Data Processing Main Graph Cursor Lines Window Graph 1.00E-8-8.00E-9-6.00E/9-Ampa -20.22 -30,56 4:00E-9--33,90 -16.76 2.00E-9-Major 0.00E+04 1200 Secs 1400 1600 1800 2000 2200 2400 1000 600 800 200 400

ENREGISTREMENT

Codification: E-FCR-06

Version : E Date :24/11/05 Page : 1/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

Echantillon:

178/07 995474

Instrument:

GC/C/IRMS Isoprime 1

Répertoire:

230706

CO et paraphe:

49

Valeur isotopique du réactif de dérivation:

-53

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blar	ic urinaire	Echantillon		
,	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio	
Nom du fichier	Data_010	Data_010	Data_011	Data_011	
tr (s)	867	1474	867	1478	
trr	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	1.700		1.705	
Intensité (nA)	3.7	3.3	4.0	4.6	
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.80	-24.55	-31.64	-24.10	
δ ¹³ C ‰ corrigée	- '	-21.56	-	-21.06	

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon			
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro	
Nom du fichier	Data_012	Data_012	Data_012	Data_013	Data_013	Data_013	
tr (s)	868	1232	1257	866	1230	1254	
trr	- '	1.419	1.448	· ·	1.420	1.448	
Intensité (nA)	2.7	4.5	5.3	2.2	4.0	3.4	
δ ¹³ C ‰ mesurée	-29.94	-25.34	-24.98	-30.07	-26.43	-27.71	
δ ¹³ C ‰ corrigée	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	-22.43	-22.03		-23.63	-25.05	

Fraction F3 (Diols)

· [
	SI	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol
Nom du fichier	Data_008	Data_008	Data_008	Data_008
tr (s)	867	1306	1337	1652
trr	-	1.506	1.541	1.904
Intensité (nA)	6.2	7.1	2.3	3.6
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.66	-27.54	-28.40	-26.65
δ ¹³ C ‰ corrigée		-22.18	-23.22	-21.63

	Echantillon					
	SI	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol		
Nom du fichier	Data_009	Data_009	Data_009	Data_009		
tr (s)	867	1305	1337	1652		
trr	-	1.504	1.542	1.905		
Intensité (nA)	6.8	5.5	2.6	3.3		
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.05	-28.82	-32.12	-26.61		
δ ¹³ C ‰ corrigée	-	-23.73	-27.72	-21.58		

ENREGISTREMENT

Codification : E-FCR-06

Version: E

Date: 24/11/05

Page: 2/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

	valeur de référence d'une population témoin			antillon es normes
	δ ¹³ C ‰ haute	δ ¹³ C ‰ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	×	
Etio	-19.56	-26.10	×	
Andro	-18.43	-25.02		×
5β Adiol	-18.55	-26.97	× .	
5α Adiol	-18.59	-27.40		
5β Pdiol	-18.25	-25.55	~	

	Blu		Echantillon		
	Δ‰	$\Delta\%$ + 0,8%	Δ ‰	Δ‰ - 0,8‰	
Etio - 11 Kétoétio	-0.87	-1.78	-2.58	-3.38	
Andro - 11 Kétoétio	-0.48	-3.19	-3.99	-4.79	
5β Adiol - 5β Pdiol	-0.55	-1.35	-2.15	-2.95	
5α Adiol - 5β Pdiol	-1.59	-5.34	-6.14	-6.94	

Seuil de positivité de l'AMA: δ^{13} C‰(métabolite) - δ^{13} C‰(composé endogène de référence) > 3‰ δ^{13} C du composé < -28‰

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8%

Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone à été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99‰ et 6.14‰, respectivement pour les métabolites androstérone et 5α androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable:

Observations:

USADA 0186



Châtenay-Malabry, le 25 juillet 2006



SUR DEMANDE

28423

RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1

Votre demande d'analyses conventionnelles

Prélèvement(s) du Dr BORDABERRY

Sport :

Cyclisme (UCI)

Épreuve et lieu:

TDF 2006: 17^{ème} étape à Morzine

Date:

20/07/2006

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date:

20/07/2006

Type de matériel :

Berlinger

Nombre d'échantillon(s):

1 (sur 3 échantillons reçus)

Référence de(s) l'échantillon(s): 178/07_995474

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA/réglementation nationale : Contrôle en compétition)

Date de début des analyses :

21/07/2006

<u>Méthodes de dépistage utilisées</u>: chromatographies gazeuse (ES02, ES02C*, ES04, ES05*) et liquide (ES03, ES03B*) couplées ou non à la spectrométrie de masse, immunochimie (ES06) et colorimétrie (ES08B*).

Conclusions: (pH = 5.2)

d = 1.025 + -0.002

T/E estimé à 11.4 (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.4 ng/mL (Variation maximale admissible = 20 %)

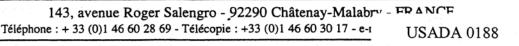
Concentration d'Epitestostérone estimée après correction par la densité à 3.9 ng/mL (Variation maximale admissible = 30 %)

Rapport supérieur au seuil de 4

* Hors portée de l'accréditation COFRAC. Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2







RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1 (SUITE)

Conclusions (Suite):

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99 ‰ et 6.14 ‰, respectivement pour les métabolites Androstérone et 5\alpha-Androstanediol.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA:

 Appauvrissement isotopique > à 3 % (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

Dépistage:

Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (ES04)

Confirmation: Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (EC24D) et

spectrométrie de masse de rapport isotopique GC-IRMS (EC31)

NB: Autres essais (ES02, ES02C*, ES03, ES03B*, ES05*, ES06 et ES08B*): Recherche de substances dopantes négative

J. de CEMU

- Union Cycliste Internationale - C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique-75700 PARIS)

Pour information:

- J. SOUBLIERE: WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)

- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète - 33700 MERIGNAC)

* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

2/2

		THE PARTY OF THE P	100000000000000000000000000000000000000
`.:		Codification: E-Remiscon	u£.
	LNDD	ENREGISTREMENT 0	200 200 PM
٠.		Yersion B	
		Date : 15/01/2004	
			1/1
77.		FICHE DE RÉMIS - Confirmation	
		PICOLOG REMENTAGEMENT	1
1		the control of the co	haran.

Date de la première préparation :	22 CP 06
Répertoire de la première analyse :	MSD20 /wil 66/2707/ 17-807674
Numéro de série :	178/O7
Numéro échantillon :	29.5น7.4
Produit confirmé :	TIE
Type d'analyse :	Quali - Semi quanti - Quanti - EPO (*)
Remis le :	230706

(*) Entourer la mention correspondante à la confirmation effectuée

Cause: SI Saible dans l'alique le échanhillon hydnolyse, lie à l'inhibiteur de dénivation observé au sensening?

CONFIDENTIEL Codification: L-CONF-01

LNDD

ENREGISTREMENT (LISTE)

Date: 09/06/2006 1/3

ASSURANCE QUALITE

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE
SPECIMEN

LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Methylamphétamine		I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
l'Amphétamine et de la	2007	, , , , ,			
Methylamphétamine					
Amines (*) primaires par	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
CS2					
Amines (*) primaires par	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
CS2					
Amines (*) primaires par	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
CS2					
Surveillance AMA: Cafeine		I-CONF-12C		M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A		M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B		M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C		M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA:	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Ephedrines	in Constant				and the second second second
				the same of the sa	
Betabloquants (*)		I-CONF-09E		M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)par MBA	EC14A	I-CONF-14A		M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA	EC14B	I-CONF-14E	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
(sans hydrolyse)					
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56I	3 M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
		Marine and the second s		The second district and second of the second	
Stupéfiants (*)		I-CONF-09		M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Etilefrine	Steller of	I-CONF-090	1998 - 200 Mg (40) 10 11	M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Etilefrine		I-CONF-09		M-AN-34B	GC/Trappe (MS2
Hydromorphone	EC09D	and the second s		M-AN-10	GC/Quad (SCAN
THC-M	EC25	I-CONF-25		M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-20		M-AN-29	GC/Quad (SCAN
Quali morphine		I-CONF-27		M-AN-30A	GC/Quad (SCAN
Quanti morphine		I-CONF-27		M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine:	EC270	I-CONF-27	C M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN
surveillance ministère	nator has appropriately the cold	need to a surface to the second con-	state of the state	4	
			Types to the street of the str	CONTRACTOR OF SUBSTRACTIONS	and the same of th
Anabolisants (*) SPE	1000	I-CONF-10		M-AN-11	GC/Quad (SCA)
Anabolisants (*) SPE à ba	s EC10I	E I-CONF-10	E M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS
seuil			26 26	76 437 11	CC/C1/CCA
Anabolisants (*) SPE	EC10I	I-CONF-10	OB M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCA)
(sans hydrolyse)	4			37.437.000	000
Anabolisants (*) SPE	EC10	F I-CONF-10	OF M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS
(sans hydrolyse) à bas seui		1		75 13755	00/0 1/004
Anabolisants (*) Hexane	EC19			M-AN-11	GC/Quad (SCA
Clenbuterol	EC18I	I-CONF-18	BD M-EX-13B	M-AN-200	GC/Trappe (MS

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

L	ISTE DES	CONFIRMATIONS	REALISEES AU	LABORATOIRE

Epimethendiol EC19C I-CONF-19C M-EX-04E M-AN-2 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2 Epioxandrolone, EC20 I-CONF-20 M-EX-14E M-AN- Oxandrolone, Turinabol-M 3'OH Stanozolol EC21B I-CONF-21B M-EX-13B M-AN-2	21E GC/Trappe (SCAN) 11 GC/Quad (SCAN)
Epimethendiol EC19C I-CONF-19C M-EX-04E M-AN-2 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2 Epioxandrolone, EC20 I-CONF-20 M-EX-14E M-AN- Oxandrolone, Turinabol-M	GC/Trappe (SCAN) GC/Quad (SCAN)
Epimethendiol EC19C I-CONF-19C M-EX-04E M-AN-2 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2 Epioxandrolone, EC20 I-CONF-20 M-EX-14E M-AN- Oxandrolone, Turinabol-M	11 GC/Quad (SCAN)
17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2 Epioxandrolone, EC20 I-CONF-20 M-EX-14E M-AN- Oxandrolone, Turinabol-M	11 GC/Quad (SCAN)
Oxandrolone, Turinabol-M	
210YI Stangardal ECCID I CONE 21D MEY 12D MAN 2	
(SI=25ng/mL)	22B GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol EC39B I-CONF-39B M-EX-39 M-AN- (α et β Zearalanol)	-39 HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL) EC23A I-CONF-23A M-EX-14 M-AN-	-11 GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL) EC23B I-CONF-23B M-EX-14 M-AN-	24B GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor I-CONF-23E M-EX-14D MAN2	
Quanti 19Nor EC23C I-CONF-23C M-EX-14 M-AN- (SI=100ng/mL)	-25 GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL) EC23D I-CONF-23D M-EX-14 M-AN-	-25 GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E EC24D I-CONF-24D M-EX-04B M-AN-	-27 GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone EC22 I-CONF-22 M-EX-17 M-AN	-23 HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS EC22A I-CONF-22A M-EX-03D M-AN	
Anabolisants * LCMS EC22B I-CONF-22B M-EX-03D M-AN	
Analyse C12/C13 des EC31 I-CONF-31 M-EX-24 M-AN métabolites de la testosterone M-AN	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
Terbutaline EC18B I-CONF-18A M-EX-13A M-AN	and the second of the second o
Reproterol, Fenoterol EC34 I-CONF-34 M-EX-34 M-AN	
Salbutamol EC18B I-CONF-18B M-EX-13A M-AN	
Salbutamol en MS2 EC18E I-CONF-18E M-EX-13A M-AN	
Quanti Salbutamol EC18G I-CONF-18G M-EX-13A M-AN->500ng/mL	-19C GC/Quad (SIM)
EPO ES07 I-CONF-07 M-EX-28 / 28B M-AN	N-43 Immunodétection
HES EC30 I-CONF-30 M-EX-22 M-AN	N-35 GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques: EC06 I-CONF-06 Inclus dans M-AN-08 - M-AI LH - β-hCG - M-AI	
Triamterene EC40 I-CONF-40 M-EX-40 M-A1	N-40 GC/Quad (SCAN
Diurétiques * EC28A I-CONF-28A M-EX-03C M-A	
Diurétiques * EC28B I-CONF-28B M-EX-03C M-Al	
Thiazides EC36A I-CONF-36A M-EX-36 M-A	
Amiloride EC33A I-CONF-33A M-EX-02A M-A1	

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

3/3

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M,	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clomiphène-M	and the second	and accommendation of the second	drawings processes, services to the advices and a services of the	Make the Season of Season	de la la companie de
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONFcorrespondante

LOCAL COMPANY OF THE PROPERTY	THE PART OF THE PARTY OF THE PA	Para the second of the second
Charles and the Control of the Contr		A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH
ACCOUNTS OF A A TO SEE A SECOND SECON		TO SHOW THE WAY THE WAY TO SHOW THE WAY THE WAY TO SHOW THE WAY THE WA
医艾克氏征 医海绵 化二氯甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基甲基		
Property Berling St. March L. M. Comber Links at a Chat and the	the state of the form of the first of the property of the state of the	

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
В	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confimation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et béta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

1/3

De DE PREPARATION - CONFIRMANA L'EPITESTOSTERONE Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A Confirmation de la confirmatio METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés. Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

l'ableau recapitulatif des étapes à 1	CHARDET CH AUDICHICH CO	1 manquote in thurster	
Désignation	Lavage à l'ether	Hydrolyse	Extraction - évaporation
			- dérivation
	étapes en gris clair	étapes en trait épais	étapes en trait normal
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
<u>Opérations</u>	Matériel Tube à vis (13*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	Réactifs et produits CONFIDENTIEL
	Dispensette Rolling	Diethylether (S06)
and the second s	Centrifugeuse 4000tr/min	APPLICABLE to
	Pipette Pasteur Poire de prélèvement	0 1 DEC. 2005
	Bain à sec	Azote
	Doomer	N D D
Prise d'essai = 2 mL	Tube échantillon Gilson (12.5* Pipette Biohit 1-5mL, cône	*100)
Ajouter 50μL de SI	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	17aMethyltestosterone (SI3-) à 4mg/L

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références

Pipette à poussée positive SPECIMEN

Ajuster à pH = 7

Papier pH 0-14 Vortex

Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 à +4°C

(cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser

Compte gouttes

betaglucuronidase +4°C (b-glu)

à

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Centrifugeuse 4000tr/min

Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)

Centrifuger 5 min

Gilson Cartouche SPE C18

Tube recueil Gilson (12.5* 100)

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Azote

03B)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Réactif H2 (cf M-P-

CONFIDENTIEL

Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL

Vial plastique

Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50μL de réactif H

Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005 3/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Vonta	Trakana ganganga	A Danie	Signatur
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	Marioni.
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	fechui-
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	701000
			(20)

TO SEE THE PROPERTY OF THE PROPERTY OF THE

N° Version	Motif	Date
P VCISION	Création du document.	15/09/2003
<u>C</u>	Révision biennale +	10/09/2004
7	- l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-	
	INFO du 10/05/04)	**
	ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	
D	Suppression de I-CONF-24E	18/04/2005
	Ajout des consignes concernant le cq urinaire	
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le	01/12/2005
- ·	cq, le blanc urinaire l'aliquote echantillon	

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

Version: A

Date: 14/02/2005

1/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Documents cités: I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4

Méthode: Anabo

Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min

Type de cartouches utilisées : Bond Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs: Eau ultrapure

Voie A: Méthanol

Voie B: Hexane

Ether + 6 6 1021 05

Voie C: Tert-butyla methyla oxyde (TBME)

Voie D: Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

SPECIMEN

ASSURANCE QUALITÉ

CONFIDENTIEL

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.

- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.

- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.

- Boucher et agiter manuellement.

- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01. Lancer l'extraction selon I-N-35.

4. Résumé de la méthode d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

. ...

Version: A

Date: 14/02/2005

2/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Personne concernée	Date	Signature
Agnès BARLAGNE	11/02/2005	- Kalaga
Nathalie MECHIN	11/02/2005	(kehing
Sandrine MARTIN	14/02/2005	fort so
Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	
	Agnès BARLAGNE Nathalie MECHIN Sandrine MARTIN	Agnès BARLAGNE 11/02/2005 Nathalie MECHIN 11/02/2005 Sandrine MARTIN 14/02/2005

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

$\neg \top$		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·							Codification : E-TE-03A Version : M								
LNDD		FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC															
	F									traction		Γ	M	Ex-	کارار	3	
chantille	on:		991,995	414						affic		누	11-		aphe	_	
Date	-	Appareil Température en					+		5.2		noc	1		3	1		\neg
22070	_	Hmet n°:	+		7 . Z				<u>ງ. </u>		-	十		7	2		
32070		Refract n°	2										. [ah	75	$\overline{}$	
Date de r	nise à l	'ambiant de	l'échantillon	<u> 220</u>					Ė.	nise à	_					7	
Prise d'es	sai PE	i:	2	mL				a PE	<u>. </u>	en m		\sim	Vol e	raphe		en n	न्य
	- 10	Donneur	Densité	Facteu		muric	on		V 01 (CHI		_	7011		/		7
Echanti		46 31	1.022		1/ / 1/ ·	1	7.7		·			4		/			
Blan	c	16 31 1	1-022		1	· v	olum	e pré	levé	en µI		Con	c ref (ians]	PE en		mL
Substans	e (TP	REF SI	Code sol ref	Conc so	l ref	_	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5)	6
SI : Me	hulle	stoskinane	513-046	4mg		50		- 7	_	-		10	-	-		-	
	J			1	1-	4	En	CD				9.	5	3	-		
Epile	dock	חסחב	#1-033	Inglu	1	4	10	20	-			7.	_	30		7	
1			#4-036	1000				~	12				-	1.	60	-	
					1		-		_			9	30	+	+-	-	-
Testo	steno	De	HO-035	day	<u> </u>	14	60	36		·		_	37	181			
		,	H10-034 H10-031	1000	-				72	1			Ŀ,		30		1
	-		11102021	10.3					_	ļ.	_	-	-	+	╁-	+	<u> </u>
				-		-	1 -	-	-		-	╁	+-	+	+	+	+
	· ·					_	Tdon	tifion.	tion (du ma	térie	l mi	isé	+	Pa	raphe	
Opéra	· ·	Date	Heure débu	Ilh 2		+-	Iden	шса	поп	du me	·	, uu		1	3		
Lava		990706	11/02		<u>ч</u> 25	Bai	n 3 s	ec n		- Pa	oi d			1	E		٠.
		220706	1140	12	در	_	°C):			3"	ULG					١	
Incub	ation	22000	4 2 hr			Co	de ta	mpor		TIC	NOS	106	-03	F	E		
Mise :			. (-	- h	, ¬	Dl	u enz	yme	. 9	210	1180	06	<u>-0</u>		<u> </u>		
Tiyare	,,,,,,,	290706	12412	13 _p	1+	Ett	ive n	° :	5_					+			
Extra			13h30	lir h	, 5		u NE		•						-6		
Extra	cuon	220706	ال دا	- Mu	ر بـ ——	Gi	lson	n°:	1				·	+		_	
Stock	age			<u> </u>			eu:			1				- 1	Æ	<u> </u>	
Evapo	ration	220106	14 50	15	35	Ba	in à	sec r	1°:	17				+		_	
			1			B		sec 1		13				.		, ·	
		22 D106	1540	16	∞'	\ l	*					~ ?	100	in	(F	,
Dériv	ation				٠.	C	ode o	u dlu ition	du r	eacti	11:		108	,07		_	
,		\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\				_		sec 1									٠.
٠.								actif 2						+			
Evapo	ration					В	ain à	sec	n°:					_			
Rep		- ,	,											\dashv			
	kage			, ,		L	ieu :									·	

dlu : date limite d'utilisation

TOPLEVEL PARAMETERS

```
Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Method Sections To Run:
  (X) Save Copy of Method With Data
  ( ) Pre-Run Cmd/Macro =
  (X) Data Acquisition
  (X) Data Analysis
  ( ) Post-Run Cmd/Macro =
Method Comments:
 Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection
en split
                          END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                           INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                  GC
Sample Inlet:
Injection Source:
                  GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled
6890 GC METHOD
OVEN
                                       Maximum temp: 325 'C
   Initial temp: 160 'C (On)
                                       Equilibration time: 0.50 min
   Initial time: 0.00 min
   Ramps:
     # Rate Final temp Final time
     1 4.00 255 0.00
2 30.00 300 2.75
      3 0.0(Off)
   Post temp: 0 'C
   Post time: 0.00 min
   Run time: 28.00 min
                                    BACK INLET ()
FRONT INLET (UNKNOWN)
   Mode: Split
   Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 175.0 kPa (On)
   Split ratio: 12.1:1
Split flow: 11.7 mL/min
   Total flow: 15.2 mL/min
   Gas saver: Off
   Gas type: Helium
                                     COLUMN 2
COLUMN 1
                                                           Page:1
                        Sat Jul 22 13:31:13 2006
Method: MAN27.M
```

USADA 0201

```
Capillary Column
  Model Number: Agilent 19091Z-002
  HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
  Max temperature: 350 'C
  Nominal length: 25.0 m
  Nominal diameter: 200.00 um
  Nominal film thickness: 0.11 um
  Mode: constant pressure
  Pressure: 175.0 kPa
  Nominal initial flow: 1.0 mL/min
  Average velocity: 41 cm/sec
  Inlet: Front Inlet
  Outlet: MSD
  Outlet pressure: vacuum
                                       BACK DETECTOR (NO DET)
FRONT DETECTOR (NO DET)
                                       SIGNAL 2
SIGNAL 1
                                          Data rate: 20 Hz
  Data rate: 20 Hz
                                          Type: test plot
   Type: test plot
                                          Save Data: Off
   Save Data: Off
                                          Zero: 0.0 (Off)
   Zero: 0.0 (Off)
                                          Range: 0
   Range: 0
                                          Fast Peaks: Off
   Fast Peaks: Off
                                          Attenuation: 0
   Attenuation: 0
                                        COLUMN COMP 2
COLUMN COMP 1
                                           (No Detectors Installed)
   (No Detectors Installed)
THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
   Description: Interface
   Initial temp: 280 'C (On)
   Initial time: 0.00 min
      # Rate Final temp Final time
          0.0(Off)
                                        POST RUN
                                           Post Time: 0.00 min
TIME TABLE
                                            Parameter & Setpoint
   Time
              Specifier
                              7673 Injector
     Front Injector:
                                      0
        Sample Washes
                                      0
        Sample Pumps
                                    2.0 microliters
        Injection Volume
                                   10.0 microliters
        Syringe Size
        PostInj Solvent A Washes
                                      3
        PostInj Solvent B Washes
                                      3
                                      0 seconds
        Viscosity Delay
        Plunger Speed
                                   Fast
                                   0.00 minutes
         PreInjection Dwell
         PostInjection Dwell
                                   0.00 minutes
      Back Injector:
No parameters specified
                                MS ACQUISITION PARAMETERS
```

(not installed)

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:2

```
MS Information
              : 2.50 min
Solvent Delay
                     : False
EM Absolute
                     : 400
EM Offset
Resulting EM Voltage : 1752.9
[Sim Parameters]
GROUP 1
                    : 1
Group ID
                    : Low
Resolution
                   : 301.3
Plot 1 Ion
                     ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
Ions/Dwell In Group
                     ( 209.3, 50) ( 301.3,
                                               50) ( 327.3,
                                                               50)
                      (341.3, 50) (417.3,
                                               50) (431.3, 50)
                                               50) (522.5, 50)
                      (432.4, 50) (446.4,
[MSZones]
                     : 150 C maximum 200 C
: 230 C maximum 250 C
MS Quad
MS Source
                         END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                        END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                        DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Percent Report Settings
-----
Sort By: Signal
Output Destination
    Screen: No
    Printer: Yes
                   Sat Jul 22 13:31:13 2006
                                                         Page:3
Method: MAN27.M
```

General Information

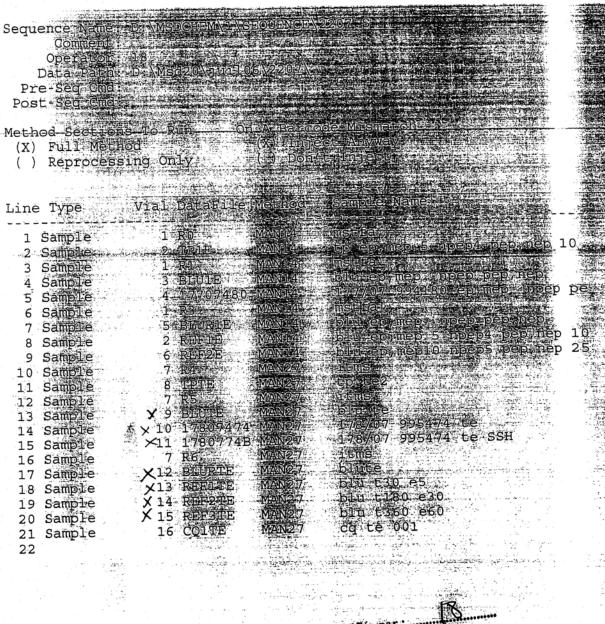
USADA 0203

File: No Integration Events: AutoIntegrate Generate Report During Run Method: Signal Correlation Window: 0.020 Quantitative Report Settings . Report Type: Summary Output Destination Screen: Yes Printer: No No File: Generate Report During Run Method: No Quantification Testostérone / Epitestostérone Calibration Last Updated: Fri Jul 21 16:01:39 2006 Reference Window: 2.00 Minutes Non-Reference Window: 1.00 Minutes Correlation Window: 0.10 minutes Default Multiplier: 1.00 Default Sample Concentration: 0.00 Compound Information _____ (ISTD TR) 1) Méthyltestostérone Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min. Conc (ng/ml) Response Lvl ID 100.000 3723520 3989786 2 100.000 5093742 100.000 3 ISTD conc: 100.000 ng/ml Curve Fit: Linear -----Epitestostérone Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min. Lvl ID Conc (ng/ml) Response 149154 5.000 1136908 30.000 2 3173258 60.000 3 Curve Fit: Linear, forced through origin

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page: 4



Page:1

DATA ANALYSIS PARAMETERS

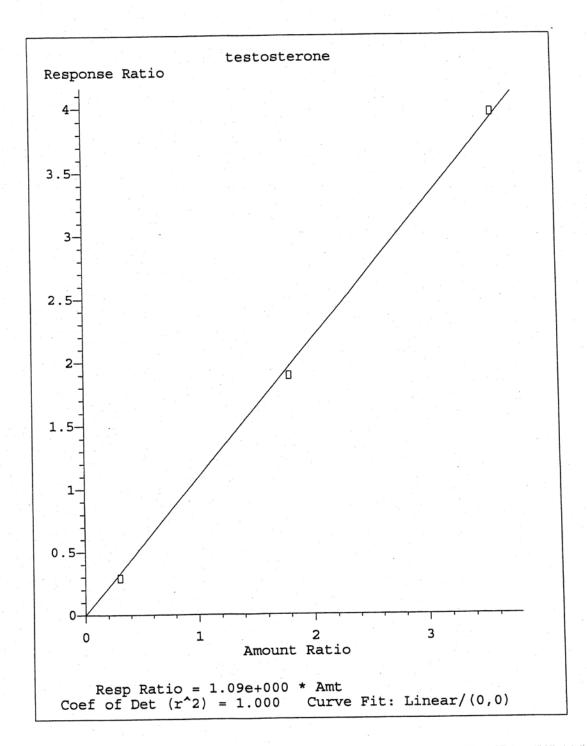
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Percent Report Settings Sort By: Signal Output Destination Screen: No Printer: Yes No File: Integration Events: AutoIntegrate Generate Report During Run Method: Signal Correlation Window: 0.020 Qualitative Report Settings Peak Location of Unknown: Apex Minimum Quality Library to Search 0 DEMO.L Integration Events: AutoIntegrate Report Type: Summary Output Destination Screen: No Printer: Yes File: No Generate Report During Run Method: No Quantitative Report Settings Report Type: Summary Output Destination Screen: Yes Printer: No No File: Generate Report During Run Method: No Mon Jul 24 12:55:02 2006 Method: MAN27.M

Page:1

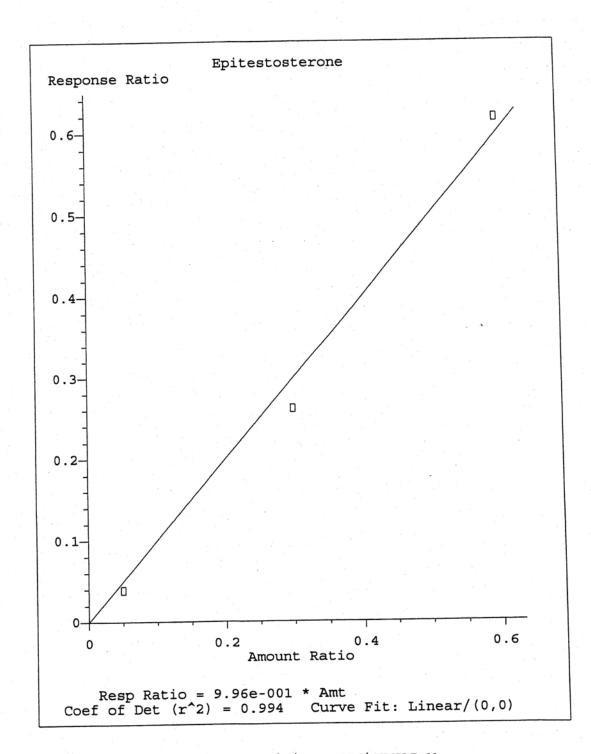
USADA 0206

Quantification du rapport T/E Calibration Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006 Reference Window: 2.00 Minutes Non-Reference Window: 1.00 Minutes Correlation Window: 0.10 minutes Default Multiplier: 1.00 Default Sample Concentration: 0.00 Compound Information (ISTD TR) 1) Methyltestosterone Ret. Time 20.92 min., Extract & Integrate from 20.42 to 21.42 min. Integration Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) man27.e Tqt 301.30 Lvl ID Conc (ng/mL) Response 100.000 4680010 1 4212735 2 100.000 100.000 5428625 Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL Curve Fit: Linear () 2) Epitestosterone Ret. Time 18.51 min., Extract & Integrate from 18.01 to 19.01 min. Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration man27.e Tqt 432.40 Lvl ID Conc (ng/mL) Response 5.000 181309 1100720 30.000 2 3350917 60.000 Qualifier Peak Analysis ON Curve Fit: Linear, forced through origin _____ () 3) testosterone Ret. Time 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min. Integration Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Signal man27.e Tgt 432.40 Conc (ng/mL) Response Lvl ID 30.000 1359912 1 180.000 7964015 2 21495301 360.000 Qualifier Peak Analysis ON Page:2 Mon Jul 24 12:55:02 2006 Method: MAN27.M

USADA 0207



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

File: D:\Msd20\juil06\2207\BLUTE.D

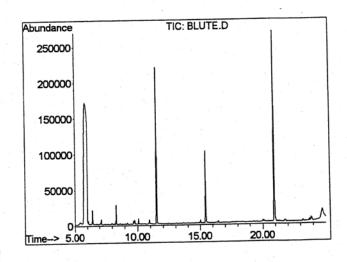
Operator: 18

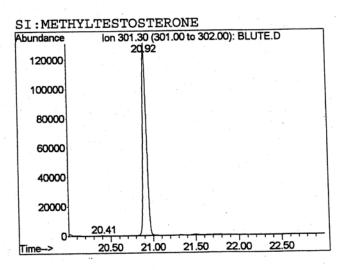
Date Acquired: 22 Jul 2006 17:31

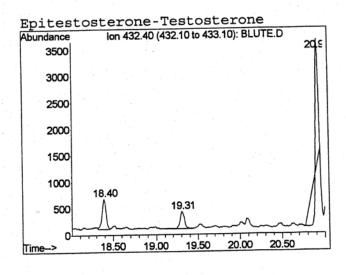
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blu te

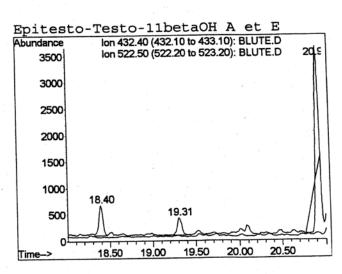
Misc Info:

Vial Number : 9









File: D:\Msd20\juil06\2207\BLURTE.D

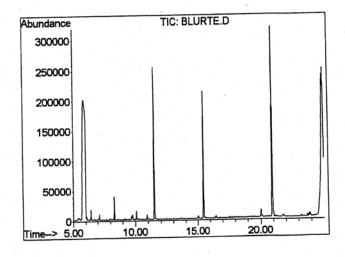
Operator: 18

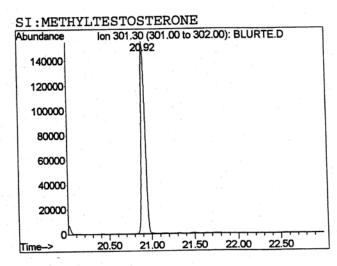
Date Acquired: 22 Jul 2006 19:35

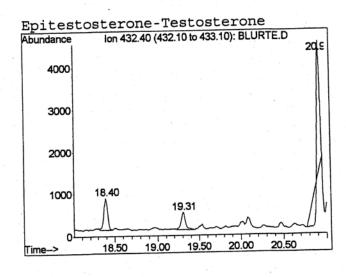
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blute

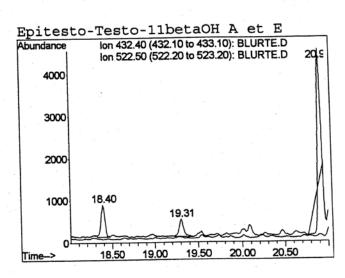
Misc Info:

Vial Number : 12









D:\MSD20\JUIL06\2207\17807474.D

Data File Path

D:\MSD20\JUIL06\2207\

Data File Name

17807474.D

Operator

18

Date Acquired

7/22/2006 18:02

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

178/07 995474 te

Vial Number

10

Calibration Title
Last Calibration Update

Quantification du rapport T/E Mon Jul 24 12:54:54 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
#	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
1)	מוסוט	18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
2)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL
3)		19.33	402.4	1001001010110			

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.7	9.8

File: D:\Msd20\juil06\2207\17807474.D

Operator: 18

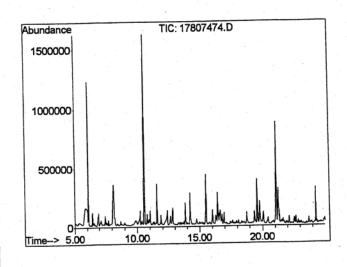
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:02

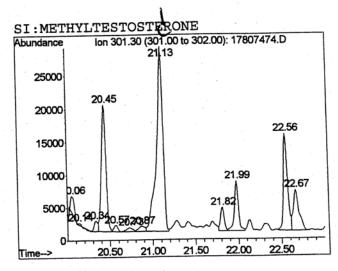
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

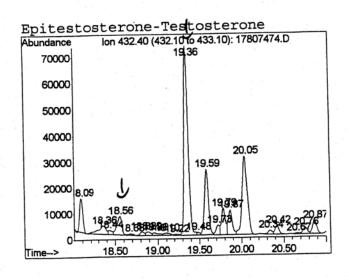
Sample Name: 178/07 995474 te

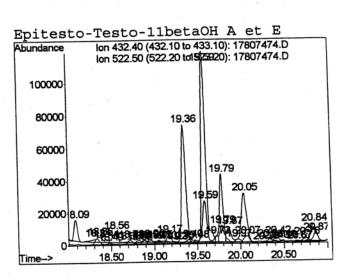
Misc Info:

Vial Number : 10









D:\MSD20\JUIL06\2207\1780774B.D

Data File Path

D:\MSD20\JUIL06\2207\

Data File Name

1780774B.D

Operator

18

Date Acquired

7/22/2006 18:33

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

Vial Number

178/07 995474 te SSH

Calibration Title

11

Last Calibration Update

Quantification du rapport T/E Mon Jul 24 12:54:54 2006

44	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
#	*ISTD	20.94	301.3	Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
1)	שופוי	18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
2)		19.36	432.4	testosterone	55662	1.06	ng/mL
3)		19.30	402.4	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,			

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration		
11.2	10.2		



File: D:\Msd20\juil06\2207\1780774B.D

Operator: 18

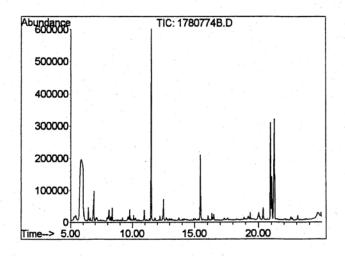
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33

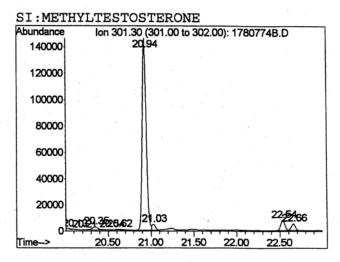
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

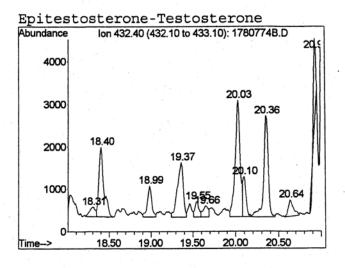
Sample Name: 178/07 995474 te SSH

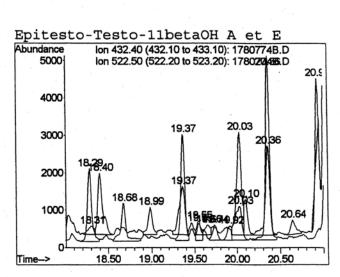
Misc Info:

Vial Number : 11









File: D:\Msd20\juil06\2207\REF1TE.D

Operator: 18

Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05

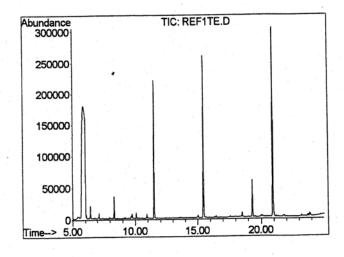
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

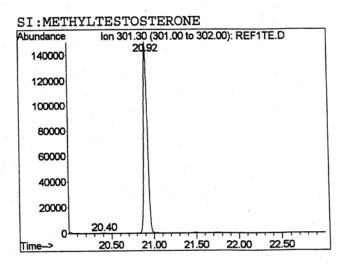
Sample Name: b

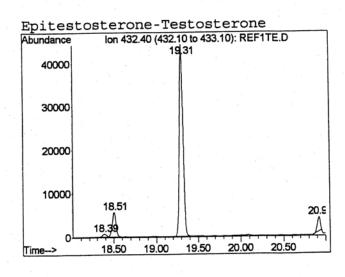
ne: blu t30 e5

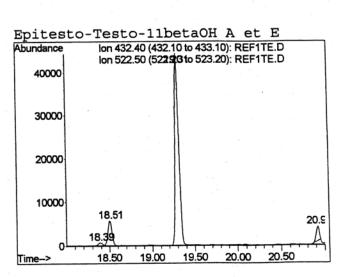
Misc Info:

Vial Number : 13









File: D:\Msd20\juil06\2207\REF2TE.D

Operator: 18

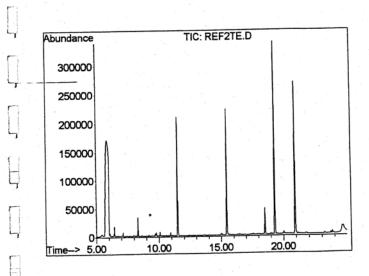
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36 Instrument: MSD 20

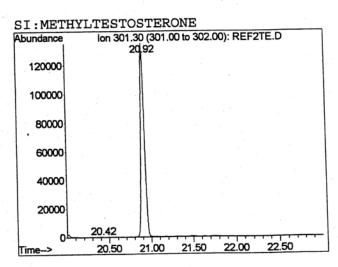
Instrument: Method File:

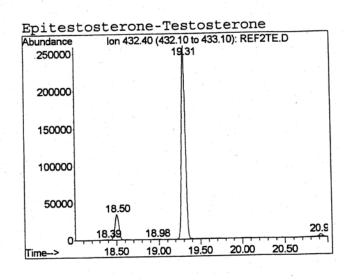
MAN27 blu t180 e30

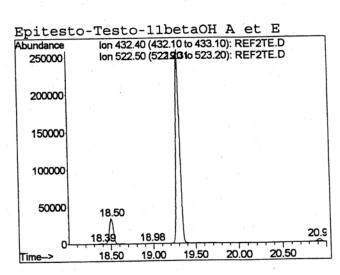
Sample Name: Misc Info:

Vial Number : 14









File: D:\Msd20\juil06\2207\REF3TE.D

Operator: 18

Date Acquired: 22 Jul 2006 21:07

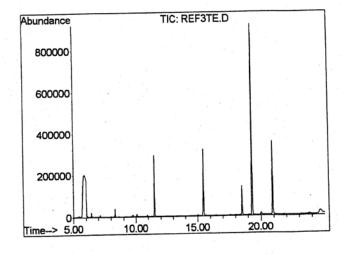
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

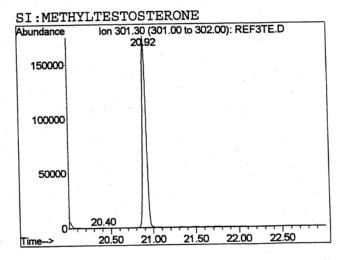
Sample Name: blu t360 e60

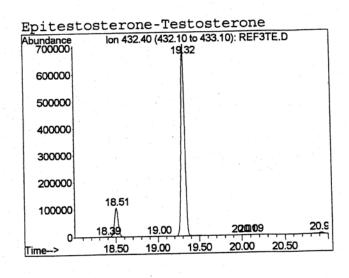
Misc Info:

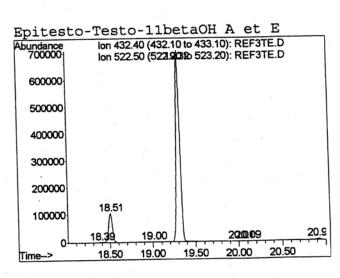
Vial Number : 15

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









LN	D)	D

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

PMSD2D Numéro d'identification de l'appareil:

> 22107106 Date:

1	- Source	d'ior	isati	on

MSD

Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire

Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3%

Repeller < 35

Polaris

Ion time > 2 ms

Oui Non

Observations:

2 - Etanchéïté du système

18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),

44/69 (CO2) < 10%

Polaris

MSD /

Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui Non

Observations:

3 - Sensibilité

Screening

Recal / Mix conforme

Conf

TP conforme - Fichier : TPTE

TP conforme - Fichier : T PIE

TP conforme - Fichier:

TP conforme - Fichier:

TP conforme - Richier:

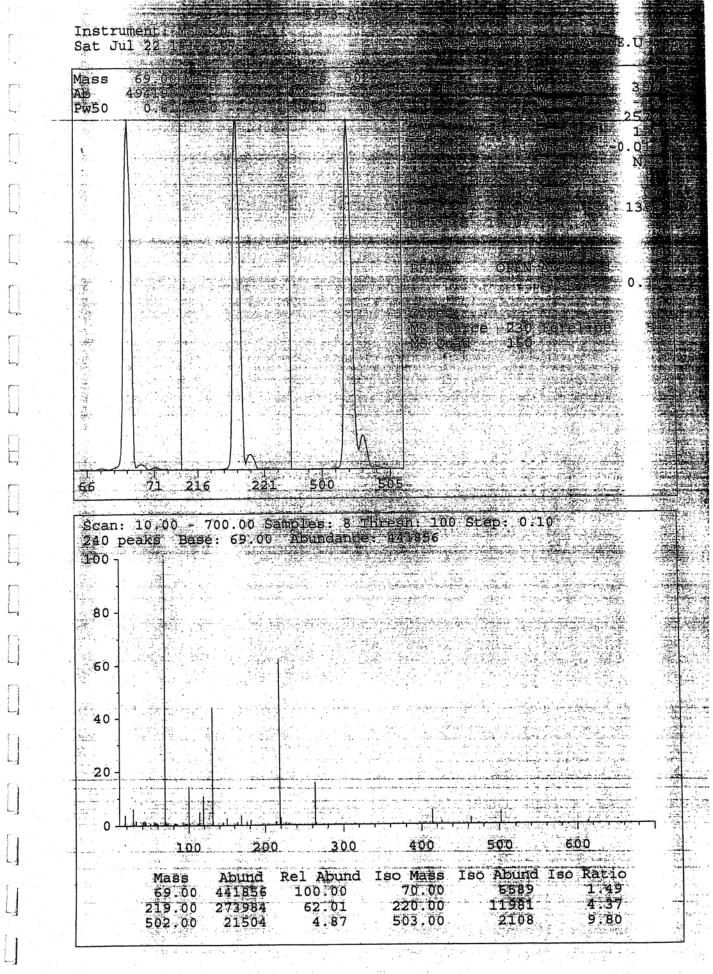
Oui Non

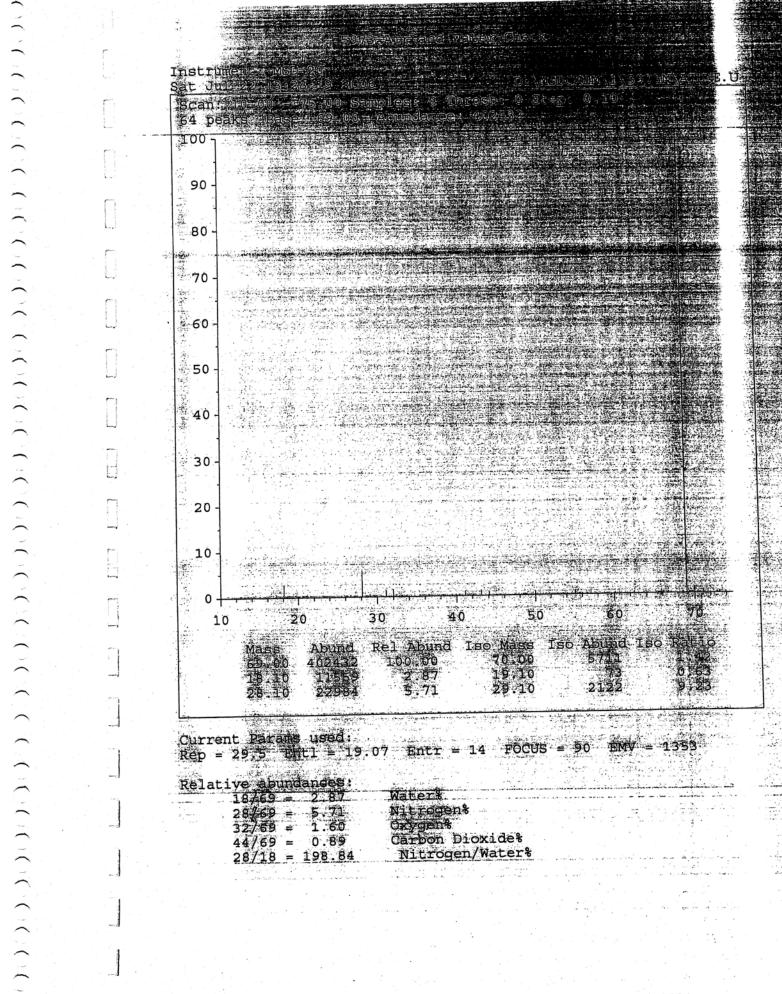
Observations:

Code opérateur et paraphe:



Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil





File: D:\Msd20\juil06\2207\TPTE.D

Operator: 18

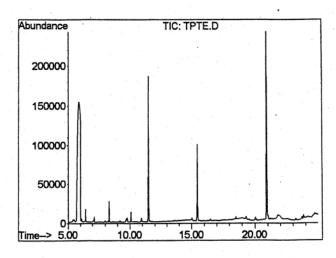
Date Acquired: 22 Jul 2006 16:29

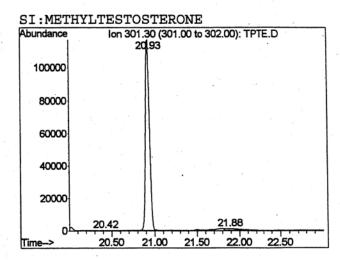
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: tp te2

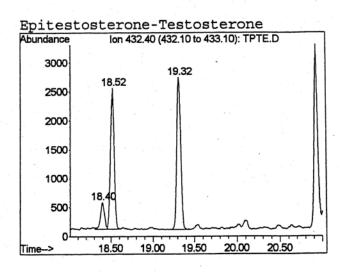
Misc Info:

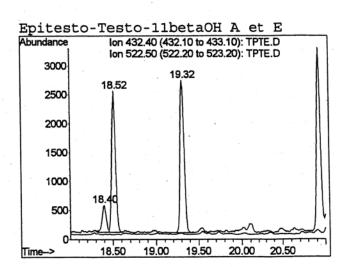
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









LND		ENF	Code: Version: Date: Page:	29/05/2006 1/1				
	6	FICHE D'ANALIS	SE / RESULTA	XI - CONTIN	MATION OF MI-QUI			
araphe	e: 4				_			
Chanti	illon :	178	8/07 995474		Dilution:	1/ 1		
on de	quantificatio	n Testo et Epitesto:	432	Ion de	quantification SI:	301		
Concen	ntration de la	référence 1 :	Testosterone:	30	Epitestosterone	5: 5	T/E théorique :	
Concen	ntration de la	référence 2 :	Testostérone:	180	Epitestosterone	e: 30	T/E théorique :	
Concen	ntration de la	référence 3 :	Testostérone:	360	Epitestosterone	e: 60	T/E théorique :	
			0.5.7		S. F. a. Enitestate			
7 10	ichier	Surface du SI	Surface Te		Surface Epitestoster	one		
REF1	REFITE	4680010	1335	9912				
REF2	REF2TE	4212735	7964	4015	1100720			
REF3	REF3TE	5428625	2149	5301	3350917			
17807474 1397296		2621497		244818		•,		
	•							
RESU	LTAT DE I	Concentration T	actosterone	Concentrati	on Epitestostérone	Rapport T/E	en surface	
		172,0		17,6		Talpport 172		
Valer	ur obtenue		ng/mL	. ng/mc		4.1.	_	
Vale	eur finale	172,0	ng/mL	17,6	ng/mL	10	,7	
							· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
			Doutio à	wamplin par	le responsable			
				ւշահա հա	ic responsable			
		n du rapport T/E (er		າດໃ .	m	·*/	Testosterone : 2C	
Incerti		a méthode) pour le			Epitestosterone : 30	· ·	restosterone: 20	
		basse du rapport T/		Résult			, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	
	Valeur	haute du rapport T/	E: 42 9		Inclass			
					Négati	if:	l	
Corre	etion des co	ncentrations en Te	stosterone et E	pitestosterone	e par la densité (cf de	oc E-INC-03)	<u>.</u> . , .	
COLLE		té affichée	J.J. J. J. J. J. L.		1.025		PARAPHE	
	Numéro du réfractomètre			,	2			

Ecart nº:

Densité corrigée : Facteur de correction

Concentration corrigée de Testosterone Concentration corrigée d'Epitestosterone

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

Contre-analyse du : 03 au 05//08/2006

Echantillon n° 995474 "B" (178/07-1) Prélevé le 20/07/2006

<u>UCI</u>

<u>CA demandée par</u>: UCI et USADA le 31/07/2006

<u>Compétition</u> : Tour de France 2006 (17^{ème} étape) à Morzine

<u>T/E = 11.0 + Origine exogène des métabolites de la</u> <u>Testostérone</u>

USADA 0224

CERTIFIÉ CONFORME A L'ORIGINAL

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-31
(005474)	Pages 1 and 2
Sample collection control form (995474)	Page 3
Documentation of Shipping (E-AR-02)	Page 4
Documentation of receipt of intact sample	Pages 5 to 22
Mails from: USADA/UCI/LNDD/CPLD/Dr. De Boer	Page 23
Staff involved in the B analysis	Page 24
Acknowlegment of receipt of A sample documentation package	Pages 25 and 26
Opening form of sample B	Pages 27 to 31
Internal chain of custudy of A and B samples and aliquots	rages 27 to 31
SECTION 2: TECHNICAL PART	pages 32 -134
O. 1. A reliant for confirmation of T/E ratio	
2.1 Analysis for confirmation of T/E ratio List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	Page 32 to 43
Analysis program	Page 44
Calibration curves	Pages 45 and 46
- Negative aliquot	Pages 47 and 48
- Sample B 995474 aliquots (N=3 with hydrolysis; N=1 without hydrolysis)	Pages 49 to 56
- Positive aliquots	Pages 57 to 59
•	Page 60
Result form Data on instrument performances	Pages 61 to 64
2.2. Confirmation analysis by GC/C/IRMS List of confirmation analyses, method and preparative form	Pages 65 to 73
List of committation analyses, mentod and propagation	
2.2.1. GC/MS analysis	Dansa 74 to 70
Description of GC/MS analysis	Pages 74 to 78
Analysis program	Page 79
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 80 to 93
Result form	Pages 94 to 96
Data on instrument performances	Pages 97 to 99
2.2.2. Isotopic ratio analysis	D 100 +- 101
Description of GC/C/IRMS analysis	Pages 100 to 101
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 102 to 121
Result form	rages 122 to 12.
Data on instrument performances	Pages 124 to 134
SECTION 3 : Certificate of analysis n°28541	pages 135-136
ANNEXES	pages 137-139
	Pages 127 to 12
Comments from Dr Douwe de Boer	Pages 137 to 13 Page 139
List of the requests from Dr. Douwe de Boer	Page 14U

SECTIO)

ANDIMENTS THE ATTEMPT OF A TELEVISION OF A TEL

USADA 0226

	LABORATOIRE NA			<ui< th=""></ui<>				
Joinare obligatoires	Joindre obligatoirement les PV et cette fiche avec les prélèvements biologiques!							
Identification du méde	ecin ayant effectué les pr	élèvements :						
	s majuscules) :BD.R.I	DABERA	(lei	and				
Adresse:			• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •					
6.4.5JD}	f [flow de his	Téléphoi	ne : 05.	55511600				
Identification des con	<u>trôles:</u> En co	mpétition	Hors	Compétition				
	ligenté par une D.R.J.S.:			quelle :				
Fédération :	ZC VCI	Cycls-	<i>?</i>					
Nom de l'épreuve :	Ivan de Fran	-0/175 é	إسراء					
Lieu: MOKZ	Tom di Fran	Date :	20/	04/06				
N° prélèvements :			,					
MOFO	VD.FO			MULU				
M □ F□ BUR994179	BUDOS474	,	□ F□ 994178	M O FO				
			i analii					
☐Urine ☐Sang ☐Sérum M ☐ F☐	☐Urine ☐Sang ☐Sérum ☐ M ☐ F☐	⊔Urine □Sang M	□ F□	Urine □Sang □Sérun M □ F□				
			,					
☐Urine ☐Sang ☐Sérum	☐Urine ☐Sang ☐Sérum	□Urine □Sang	Sérum	□Urine □Sang □Séru				
MOFO	MOFO		O FO	M 🗆 F 🗆				
☐Urine ☐Sang ☐Sérum	☐Urine ☐Sang ☐Sérum	☐Urine ☐Sang	□Sérum	☐Urine ☐Sang ☐Séru				
Commentaires:								
Traçabilité de la chaîne	du froid :							
Trajet : Lieu de prélèvemen	nt/domicile (ou cabinet) :	Ambiant 🗖	+4°C €	-20°C. E				
Stockage sur le lieu de coll	,	Ambiant 🗆	+4°C€	-20°C □				
•	sse où s'est effectué l'enle			~ 7				
Dénomination (Domic	ile/cabinet/laboratoire	1. 1/2=14	Voly	l Aso				
Adresse: Tom	di France	,	***********					
Autosso								
Enlèvement effects à la	: 20/07/06		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •					
Page ou I MDD 1-	<i>9</i>							
Reçu au LNDD le :	2 0 JUIL. 2006			LICADA 0007				
Version du 17/11/2005				USADA 0227				

BERLIRGERS-VERBAL DE CONTRÔLE ANTIDOPAGE / DOPING CONTROL FORM CONFIDENTIAL

Organisme demandament contrological Organisme d	
Foreration national of Conference of the Control of Conference of Control of Contro	
Sexe, Sex Inopine Out I Non I	Horseomosidon Enelmae
Nationale D	Stage hors club E
Nom de l'épreuve Ville CP / Event and place Régionale	Suivio
Vous êtes convoqué(e) à un contrôle antidopage/Nou are hereby summoned to appear for doping test	0248:390245:390645:3906
Date / Date :	
14. Nom et signature du Délégué Fédéral / 14. Nom et signature du Délégué Fédéral / 14. Nom et prénom du médecin / Name of d	
(en toutes lettres)	Signature of Doctor
Réalisation du contrôle / Test completion ZED 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2	
1235578012357801235 27477774 12356780123567801235678	1)1/2/15/7/4/11/2/15/7/4/11/2/15/7/4/11/5
Echantillons A et B / Samples A and B Quantité totale d'unne, sang m	44 - 77 1)
Echantillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) n° / bottle Code BUR995474	Densité / Sporting Granty Duty plus
Echantillons A et B / Samples A and B Quantité totale d'unne, sang, mi Code Flacon (et container) nº / bottle Code lotal amount of unne, blood, mi	Density / Special Stavity pll pll Stavity Special Stavity pll pll Stavity Stavity Stavity pll pll Stavity s
Echamtillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) n° / bottle Code BUR995474 Echamtillon d'urine insuffisam / Insufficient urine sample	
Echamillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) nº / bottle Code BUR995474 Echamillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample Echamillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample Médicaments / Drugs (B) (D) NON Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used	
Echantillons A et B / Samples A and B Code Flacor (et container) nº / bottle Code BUR995474 Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample Médicaments / Drugs La Dul NON Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have	
Echantillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) nº / bottle Code BUR995474 Echantillon d'urine insufficient urine sample Echantillon d'urine insufficient urine sample Medicaments / Drugs Sample Drugs Dru	
Echantillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) nº / bottle Code BUR995474 Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample Médicaments / Drugs De DDI NON Commentaires sur la pro Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used: (éventuellement nom du médecin prescripteur) Confirmation / Confirmation ZEDIZ 13 / EDIZ 15 / EDIZ	Edura Comment of programs
Echantillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) nº / bottle Code BUR995474 Echantillon d'urine insufficient urine sample Echantillon d'urine insufficient urine sample Médicaments / Drugs Médicaments / Drugs Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used: (éventuellement nom du médecin prescripteur) Confirmation / Confirmation Signature du Délégué Fédéral Signature of Federal Delegate	Edura Comment of programs
Echantillons A et B / Samples A and B Code Flacon (et container) nº / bottle Code BUR995474 Echantillon d'urine insuffisant / Insufficient urine sample Médicaments / Drugs 12 (DDI) NON Médicaments déclarés avoir été pris récemment / Drugs declared to have been recently used : (éventuellement nom du médecin prescripteur) Confirmation / Confirmation ZEDO 2 (2000 2 2	Edura Comment of programs

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification: E-AR-02

Version: C

Date: 28/06/2005

ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS sans document de livraison

Cas d'un TRANSPORT AU LABORATOIRE par chauffeur sans document de livraison

Organisme:	ucī			
Epreuve et lieu:	17°	Elique		
Date du contrôle :	20107/06			

Nombre total d'échantillons reçus :

Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon
906 069			Toda da Macon
994180			
270 145			
994 178	,		
995 476			
270 141			
99 4 179			
		Y	
		,	149986
			11,9996

Commentaires:

P-99 427

Sang a' ti'C

KŁ	CEP	'IION	\mathbf{AU}	LABC)RAT	OIRE

TRANSPORTEUR

Date et heure: 20-07-06 Nom: RAHALT

Nom: SIMONET!

Signature:

Cachet:

Signature:

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE

143, a), Roger Salengro

143. av. Roger Salengio 92290 CHATENAY-MALABRY 92290 CHATENAY-MALABRY Tel.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17 Tel.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17



ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS

	(Echantillons et Docum	ents)
Du Docteur :	BORDABERRY, Gérard	du 20/07/2006
Transporteur :	DYNAPOST	
N° du Bordereau d'expé	dition :	
Date Réception des prél	<u>évements</u> : 20/07/2006	Des Documents : 20/07/2006
Organisme :	Cyclisme (UCI)	
Epreuve et Lieu:	DF 2006 étape n°17 à Morzir	ne
Nombre total d'échantille	ons recus : 3 A	+ 3 B
Numéro(s) des échantill	on(s):	
994178 994179 99	5474	
Numéro(s) Laboratoire	attribué(s) : 178/07	
Commentaires :		
		Adeline MOLINA-PALII

Adeline MOLINA-PAUL Responsable Logistique

DRJS:

email direction LNDD

De:

Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]

Envoyé:

lundi 31 juillet 2006 17:41

À:

email direction LNDD

Objet:

échantillon 995474

Importance: Haute

Cher Dr. De Ceaurriz,

Conformément à l'article 191 du règlement antidopage de l'UCI, la demande de contre analyse peut être faite par la commission antidopage de l'UCI.

Nous vous serions reconnaissants de bien vouloir nous proposer plusieurs dates pour mener à bien la contre analyse de l'échantillon n°995474, prélevé lors du Tour de France 2006.

Dans l'attente de vos promptes nouvelles, nous vous adressons, cher Dr. De Ceaurriz, nos meilleures salutations!

Christian Varin Manager Antidopage / Antidoping Manager Union Cycliste Internationale CH - 1860 Aigle

Tél: +41-24.468.58.11 Fax: +41-24.468.58.12

www.uci.ch

IMPORTANT NOTICE:

This message contains confidential information and is intended only for the individual named herein. If you are not the herein named addressee you should not disseminate, distribute copy or otherwise make use of this e-mail. Please notify the sender immediately by e-mail if you have received this e-mail by mistake, and delete this e-mail from your system.

Orange vous informe que cet e-mail a été contrôlé par l'anti-virus mail. Aucun virus connu à ce jour par nos services n'a été détecté.



TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur :

Destinataire:

C. VARIN

J. de CEAURRIZ

Directeur du Laboratoire National de

Dépistage du Dopage

Organisme:

UCI

Tél: +33 (0) 1.46.60.28.69

e-mail: direction@Indd.com

Fax: +33 (0) 1.46.60.30.17

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

Monsieur,

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif...)

L'opération de contre-analyse débutera à <u>9h00</u> au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser <u>avant la contre-analyse</u> un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations.

J. de CHAURRIZ

143, avenue Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry

Téléphone : + 33 (0)1 46 60 28 69 - Télécopie : +33 (0)1 46 60 30 17 - e-m

ED A NICE

•

USADA 0232

| HP LaserJet 3100 | Imprimante/Télécopieur/Copieur/Scanner ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour HP LaserJet 3100 5454545454545455 31-Jul-06 18:23

Tac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Туре	Pages	Mode	Etat
825	31/ 7 18:23	0'31"	+41 24 468 59 14	Envoi	1/ 1	EC144	Terminé

Total

0'31"

Pages envoyées: 1

Pages imprimées: 0



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur:

J. de CEAURRIZ

Directeur du Laboratoire National de

Dépistage du Dopage

UCI

Tél: +33 (0) 1.46.60.28.69

Fex: +33 (0) 1.46.60.30.17

e-mail: direction@indd.com

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

Monsieur

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif_)

L'opération de contre-analyse débutera à <u>9h00</u> au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser <u>avant la contre-analyse</u> un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations.

143, avenuc Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry - FRANCE (phone : + 33 (0)1 46 60 28 69 - Télécopic : +33 (0)1 46 60 30 17 - e-mail : direction@lr

1

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@Indd.com]

Envoyé: lundi 31 juillet 2006 18:28 À: 'christian.varin@uci.ch'

Objet: Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006 Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006 Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEAURRIZ



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

<u>Expéditeur</u>: <u>Destinataire</u>:

Jacques de CEAURRIZ

Directeur du Laboratoire National de

Dépistage du Dopage

Tél: +33 (0) 1.46.60.28.69

Fax: +33 (0) 1.46.60.30.17

e-mail: direction@Indd.com

Doormaran o

M. DAUTRY - Secrétaire Général

Organisme:

CPLD

Fax:

01.40.62.76.85

Nombre de pages y compris celle-ci : 3

Monsieur le Secrétaire Général,

Je vous prie de bien vouloir trouver ci-joint l'e-mail de l'UCI demandant une contre-analyse sur l'échantillon B 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ainsi que notre proposition de date.

Je vous prie de recevoir, Monsieur le Secrétaire Général, mes cordiales salutations.

J. de CE TURRIZ

ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour HP LaserJet 3100 5454545454545455 1-Ao0-06 9:06

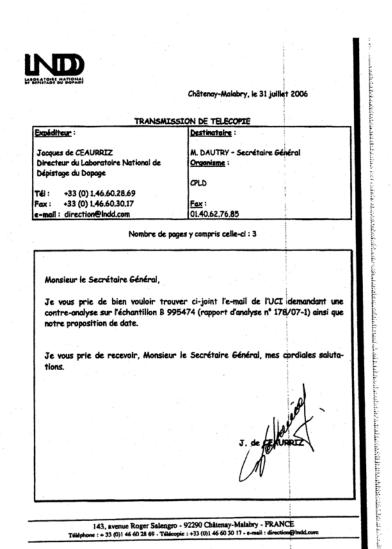
Tac	Heure	début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
832	1/, 8	9:06	0'52"	0140627685	Envoi	3/ 3	EC144	Terminé

Total

0'52"

Pages envoyées: 3

Pages imprimées: 0





VIA FACSIMULE

July 31, 2006

Christian Varin, Manager Anti-Doping Services Union Cycliste International Ch 1860 Aigle Switzerland

J. de Ceaurriz, Director Laboratoire National de Depistage du Dopage 143, avenue Roger Salengro 92290 Chatenay-Malabry **FRANCE**

Board of Directors

RE:

UCI File No. 29/06

Ralph W. Hale, MD

Tour de France, July 20, 2006

Chair

Floyd Landis - Sample #995474

Richard W. Cohen, MD Vice Chair

Gentlemen:

Barry Axelrod

Treasurer

I am in receipt of the letter from UCI dated July 31, 2006, and the letter of today from the Mr. Landis requesting the B sample opening and analysis.

Kate Hendrickson Borg CHMM

Secretary

I am writing to confirm that the B sample opening and analysis of sample #995474 will begin on Thursday, August 3, and conclude on Saturday, August 5, 2006.

Evelyn Ashford

USADA understands that that the B sample confirmation will include the testosterone/epitestosterone analysis and the carbon isotope ratio analysis.

Lowrence Brown, Jr., MD, MPH

Jean Fourcroy, MD, PhD, MPH

Andrew Mecca, Dr PH, MPH

Annette Salmeen, DPhil

Additionally, the athlete will be represented by Mr. José M. Buxeda and Dr. Douwe de Boer. USADA will also have a representative, Ms. Caroline Hatton, attend the B sample opening and analysis.

If you have any questions or concerns about this matter, please do not hesitate to contact me.

Sincerely,

General Counsel

cc:

Sean Petty, USA Cycling (w/o encls.)

Gary Johansen, USOC Deputy General Counsel Jim Scherr, USOC Chief Executive Officer

Mr. José M. Buxeda & Mr. Luis Sanz Hernández, Counsel for Mr. Landis

United States Anti-Doping Agency

1330 Quail Lake Loop, Suite 260, Colorado Springs, CO 80906 ■ Tel: 719.785.2000 ■ Fax: 719.785.2001 usada@usantidoping.org www.usantidoping.org



Facsimile Cover Sheet

To:

Christian Varin, UCI

J. de Ceaurriz

Fax: 41 24 468 58 12

Fax: 33 1 46 60 30 17

From: Travis T. Tygart

Company: U.S. Anti-Doping Agency

Address: 1330 Quail Lake Loop, Suite 260

Colorado Springs, Colorado 80906-4651 USA

Direct: +719-785-2032 Fax: +719-785-2001

e-mail:

Date: 7/31/2006

Re: UCI File No. 29/06

Tour de France, July 20, 2006 Floyd Landis - Sample #995474 Pages (including this cover page):

cover page).

Comments:

CONFIDENTIALITY NOTICE

The information contained in this facsimile transmittal sheet and document(s) that follow are for the exclusive use of the addressee and may contain confidential, privileged and non-disclosable information. If the recipient of this facsimile is not the addressee, or a person responsible for delivering this facsimile to the addressee, such recipient is strictly prohibited from reading, photocopying, distributing or otherwise using this facsimile transmission, or its contents, in any way. If the recipient has received this facsimile transmission in error, please call us immediately and return the facsimile transmission to us via the United States Postal Service. Thank you.

FLOYD LANDIS

1. To:

USA CYCLING
To Mr Steve Johnson
By fax: + 1 719 785 2028 - + 1 719 866 4628

- 2. Copy:
- (i) INTERNACIONAL CYCLING UNION (UCI)
 To Mr Christian Verin
 By fax: + 41 24 468 5812
- (ii) USADA To Mr Travis Tygart By fax: + 1 719 785 2001
- (iii) LNDD Laboratoire National de Dépistage du Dopage To Mr Jacques de Ceaurriz By fax: +33 1 4660 3017
- (iv) PHONAK HEARING SYSTEMS To Mrs Monika Zuerchel By fax: + 41 55 2547011

31st July 2006

Dear Sirs:

I have received on the 26th July from my team PHONAK HEARING SYSTEMS copy of a letter sent by UCI that same day concerning my testing positive (T/E) in the Tour de France on the stage of the 20th July.

By means of this letter:

- I formally require the B sample analysis, in accordance with articles 191 and following of the Anti-Doping Rules (ADR).
- (ii) I appoint as my legal representatives, Mr Luis Sanz Hernández and Mr José Mª Buxeda Maisterra, lawyers in Madrid (Spain). I request that any formal communication concerning this issue is sent to the latter (Mr José Mª Buxeda, MASONS BUXEDA MENCHEN ABOGADOS, colle José Ortega y Gassel, nº 29, 28006 Madrid, T +34-914363325, F +34-914363329, e-mail: im.buxeda@mbm-abogados.com). According to article 198 ADR, they will attend the opening of sample B.
- (iii) I appoint as the expert that will attend the sample B analysis on my behalf. Dr Douwe de Boer, Department of Clinical Chemistry, University Hospital Mnastricht.
- (iv) I require a copy of the complete analysis report for sample A that should be sent to my legal representatives as soon as possible.

(v) I require from the medical services at the UCI a thorough endocrinological study, to be carried out in a specialised medical center in Europe and the United States.

Yours sincerely, 31/2/06

Figvd Landis Licence 0020272 - UCI Code USA 19751014



TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur:

Destinataire:

Jacques de CEAURRIZ

M. DAUTRY

Directeur du Laboratoire National de

Organisme:

Dépistage du Dopage

CPLD

Tél:

+33 (0) 1.46.60.28.69

Fax:

Fax:

+33 (0) 1.46.60.30.17

01.40.62.76.85

e-mail: direction@Indd.com

Nombre de pages y compris celle-ci: 5

Monsieur,

Veuillez trouver ci-joint les demandes de contre-analyse relatives à l'échantillon n°995474B en provenance du Conseil de Floyd LANDIS et de l'Agence Antidopage Américaine.

Cette opération se déroulera du jeudi 3 août au samedi 5 août 2006.

Je vous prie de recevoir, Monsieur, mes cordiales salutations.

J. de CHAURRIZ

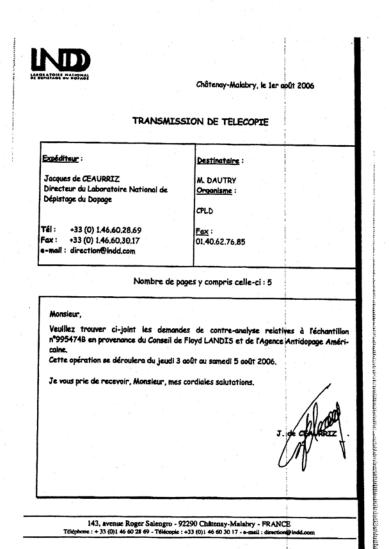
ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour HP LaserJet 3100 5454545454545455 1-Aoû-06 9:09

rac	Heure	début	Util.	No tél. ou ID	Туре	Pages	Mode	Etat
333	1/8	9:08	1'21"	0140627685	Envoi	5/ 5	EC144	Terminé

Total 1'21"

Pages envoyées: 5

Pages imprimées: 0



email direction LNDD

De:

Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]

Envoyé:

mardi 1 août 2006 09:51 email direction LNDD

A: Objet:

RE: Date contre-expertise echantillon n°995474

Cher Dr. De Ceaurriz,

nous nous référons à la communication de USADA confirmant que la contre analyse pourra avoir lieu jeudi, vendredi et samedi (3 au 5 août 2006)

pourriez-vous confirmer à toutes les parties que la contre analyse débutera à 9h00 précise?

l'UCI désignera Martial Saugy en qualité d'expert.

Bien cordialement!

Christian Varin

----- Message d'origine-----

De: email direction LNDD [mailto:direction@lndd.com]

Date: lun. 31/07/2006 18:28 À: Varin Christian - UCI

Objet : Date contre-expertise echantillon $n^{\circ}995474$

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006

Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006

Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEAURRIZ

Orange vous informe que cet e-mail a ete controle par l'anti-virus mail. Aucun virus connu a ce jour par nos services n'a ete detecte.

email direction LNDD

De: Envoyé: D Boer de [DDB@lche.azm.nl] mardi 1 août 2006 16:57

À:

Direction@Indd.com

Cc:

servicioslegales_abogados@hotmail.com

Objet:

B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saterday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Visiting address:
Prof. Debyelaan 25
6229 HX Maastricht
Mail address:
PO Box 5800
6202 AZ Maastricht
The Netherlands

Phone: +31-43-3876696 Fax: +31-43-3874667

e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

This email and any attachments may contain confidential or privileged information and is intended for the addressee only. If you are not the intended recipient, please immediately notify us by email or telephone and delete the original email and attachments without using, disseminating or reproducing its contents to anyone other than the intended recipient. The azM shall not be liable for the incorrect or incomplete transmission of this email or any attachments, nor for unauthorized use by its employees.

1

Orange vous informe que cet e-mail a ete controle par l'anti-virus mail. Aucun virus connu a ce jour par nos services n'a ete detecte.

Dr Douwe de Boer Department of Clinical Chemistry University Hospital Maastricht Maastricht, The Netherlands

tel: +31-43-3876696 fax: +31-43-3874667

e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

TELEFAX MESSAGE

To: Prof. Jacques de Ceaurriz

LNDD

Telefax number: +33-1-46 60 30 17

Subject: B-sample analysis

Date: 02-08-06

Number of pages: 2 (including front page)

Dear Prof. Ceaurriz,

Yesterday, I tried to send you an e-mail message which was returned without a successful delivery.

Today, I send you a copy of that message by fax.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer

D Boer de - B-sample analysis Landis

Page 1

ey LANDISOG. 4

Van:

D Boer de

Aan:

Direction@Indd.com

Datum:

01-08-06 16:56

Onderwerp:

B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saterday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Visiting address:
Prof. Debyelaan 25
6229 HX Maastricht
Mail address:
PO Box 5800
6202 AZ Maastricht
The Netherlands
Phone: +31-43-3876696
Fax: +31-43-3874667
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

CC:

servicioslegales_abogados@hotmail.com

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@Indd.com]

Envoyé: mardi 1 août 2006 11:47

À: 'christian.varin@uci.ch'; 'usada@usantidoping.org'; 'im.buxeda@mbm-abogados.com'

Objet: Contre analyse Landis

This e-mail is to inform you that the counter-analysis of sample B 995474 will start on Thursday August 3 at 9 a.m in the LNDD and will conclude on Saturday, August 5, 2006. Please note that the athlete will be represented by Mr José M. BUXEDA and Dr Douwe de Boer, USADA by Caroline HATTON and UCI by Dr Martial SAUGY.

Sincerely,

J. de CEAURRIZ

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@Indd.com]

Envoyé: mercredi 2 août 2006 10:08

À: 'ddb@lche.azm.nl'; 'ddb@klinchem.azm.nl'

Objet: Contre Analyse Landis

Dear Dr de BOER,

This e-mail is to inform you that the full laboratory documentation package of the A sample analysis is available and will be given to the experts at the beginning of the B-sample procedure.

With best regards,

J. de CEAURRIZ

LNDD ENREGISTREMENT Codification: E-CE-03
Version: C
Date: 11/04/2005
1/1

PROGRAMMATION D'UNE CONTRE-EXPERTISE

N° rapport concerné :... 17.8.10.7.- 1

N° d'échantillon concerné : . . 9.9.5. 4.7.4

Produit(s) soumis à l'analyse :

TIE

Département(s) concerné(s) :....

Personnes concernées	Signatur#
Directeur: J. De Ceourn's	all laces
Analyste: Ruddy Barlague Clane Fulst	TIELON
Chef de département: Adjoint	Cenpolini Jenpolini
CDLT: Adjoint Aurélie Lourent	Supen

<u>Documents à fournir</u> :

- E-CE-01 : Formulaire d'ouverture de l'échantillon B
- E-CE-02 : Remise sous scellé en cours de Contre-expertise
- E-CE-05 : Fiche de suivi de résultat d'une contre-expertise
- annexes des documents administratifs de la série de l'échantillon concerné
- dossier d'analyse positif
- courriers (demandes d'analyse et réponses)



August 3, 2006

We undersigned, Dr. Douwe De Boer and Mr Jose M. Boxeda, recognize to have received the full documentation package (207 pages) of sample A n° 995474 from the LNDD, Thursday August 3 2006, at the beginning of the procedure of counter-analysis of the corresponding B sample.

Dr. Douwe De Boer

Expert

Mr Jose M. Boxeda

al representative

Codification: E-CE-01 **LNDD ENREGISTREMENT** Version: C Date: 05/12/2005 1/2 Formulaire d'ouverture de l'échantillon B Demande faite par : **WADA** / D.C.I. Le(s): 3 1 /07 /200 6 Identification des personnes présentes : legal representant. Laboratous FREELIN HO-BUTHDEN D- de Boen decE ARRY HONGONGU ASSITCIAN ACEXICO . 9 M Cenpolini Signature:

/ ///			
te: 03/.08/.06 Heure: .9	hl.2. Opéra	ateur :	
re:03/.08./.06 Heure:	l hl.2. Opér	ateur :1.8	
e froide n°. 5.			
on B: -80°C □ -2	20°C ☑ +4	4°C □	
ger 🕅 Autre 🗆	№ B.9.9.	5.474	:
apport au procès verbal de co	ontrôle antidopag	e: Oui	Non □
Non □			
yatrepresolative		Vala	SOSADA
dom independant	Dog H	Bastr	Getter /
֡֡֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜	e: 03/.08/.06 Heure: e froide n°.5. on B: -80°C2 ger Autre rapport au procès verbal de co	e: 03/.08./.06 Heure: 9hl.2. Opére e froide n°.5. on B: -80°C -20°C +4 ger Autre	ger Autre

VCIAS US ADA representations

CAROLINE HATTON

HARTIAL SAUBY

UCI EXPERT

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification: E-CE-01

Version: C

Date: 05/12/2005

2/2

Formulaire d'ouverture de l'échantillon B

Ouverture:

N° du flacon : B 99544

Volume: ..H.5...mL (approximativement)
(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

Validation (Signatures): Layor representatives

Cet enregistrement est à archivé dans le dossier analytique de la contre expertise.

TRACABILITE DES FLACONS A ET B						
		1/2				
LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-TE-05 A Version: B Date: 22/08/2005				

N° de Série : 178/07

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
V21	20/07/06 à 21h35	-	-

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu
Α .	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR.1 (+4°C)
В	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR3 (-20°C)

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
21/07/2006 -7h25	44	Salle 107	Destockage pour mise en tube EPO
21/07/2006 -8h10	44	Salle 107	Mise en tube EPO
21/07/2006 - 9h10 Mise en tube n°1	19	Salle 006	Mises en tube pour : ES02/ES02C - BBS/EPH ES03 - CD
			ES03B – LCH ES04/ES05 – H/MS2 ES06 – IMMUNO ES08B – COLORIMETRIE
21/07/2006 - 09H25	19	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
22/07/2006 - 09h05	18	S. 103 (ambiant)	Mise à l'ambiant
22/07/2006 - 10h50	18	S. 103 (ambiant)	Mise en tube pour la confirmation T/E
22/07/2006 - 11h20	49	S. 104 (ambiant)	Mise en tube pour la confirmation IRMS
22/07/2006 - 12h45	18	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
23/07/2006 - 14h30	28	S. 103 (ambiant)	Mise à l'ambiant
23/07/2006 - 15h00	28	S. 103 (ambiant)	Re- Mise en tube pour la confirmation T/E
23/07/2006 - 17h00	28	CH.FRI (+4°C)	Stockage
24/07/2006 - 08h20	18	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-TE-05 A Version: B Date: 22/08/2005 2/2					
	TRACABILITE DES FLACONS A ET B						

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 - 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage
03/08/2006 - 9h12	18	Ambiant	Destockage pour décongélation
03/08/2006 - 11h03	26	S004 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC31
03/08/2006 - 11h05	23	S103 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC24D
	Flacon vie	de – pas de remise so	us scellé

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005 1/3

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Date Aliquote(s) Code Etape opérateur		Remarques	
21/07/2006 Aliquote ES02/ES02C 09h30		45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	USADA 0255

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: **B**Date: 22/08/2005

2/3

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 ^{ème} analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h05	Aliquote EC24D	23	Préparation	Confirmation T/E
03/08/2006 19h45	Aliquote EC24D	23	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

USADA 0256

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005

3/3

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h03	Aliquote EC31	26	Préparation	Confirmation IRMS
03/08/2006 13h54	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 14h59	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 16h03	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 17h48	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 19h18	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 20h47	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	

TECHNICAL PART

Avangularsus from Communication and THE maining

LNDD	ENREGISTRI	EMENT	Code : Version :	E-RECAP-01 J 09/06/2006
	 FICHE RECAPITULATI	VE DES ANALYSES	Date : PRESENTEES	09/00/2000
	FICHE RECEIPTION			
N° de laboratoire :	178 107	N° é	chantillon:	335474
Produit(s) confirmé(s	s): Testasterone	1 Epitestast	ereace	
pH mesuré en conf	: 5,18		affichée en conf :	1,025
			éfractomètre n° :	2
			Densité corrigée :	1.025.
		Andreas (Section)	Mag	
Essai n°:		EC	_	
Mode opératoire de pro	éparation :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'ana	lyse:	M-AN-	Version :	
CG/SM (SCAN)	CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3	
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3] CL/UV [
IMM	EPO	CG/C/IRMS	Cytométrie [
	COMMISSION	DA SABAH HOUNGSON	* INIVIL	
Essai n°:		EC 240	7	
Mode opératoire de pr	éparation :	M-EX- 04 B	Version :	E
Mode opératoire d'ana		M-AN- 27	Version :	C
	CG/SM (SIM)	1 (CG/SM (SCAN)	
CL/SM (SIM)	CL/SM2	CL/SM3	7 CL/UV [=
Concentration estim				1
* Concentration corrig	1	a3 Imlant	· 4.2 ralm	
Concentration corrig		11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11	HINE THE PARTY OF	
Essai n°:			7	
Mode opératoire de pr	éparation :		Version :	
Mode opératoire d'ana		M-AN-	Version :	
CG/TSD	CG/SM (SIM)	_	CG/SM (SCAN)	IMM
Concentration mesu				
	ree.			
* Seuil corrigé :		STATE REPORT		
EGO2 PRG (CC SM)		08 -HES (CG/SM)	7	ES06 - IMM
ES02 -BBS (CG-SM)		ES08B -PS	7	ES07 -EPO
ES02C -EPH (CG/SM			=	
ES03 -CD (CL/SM)		LCH (CL/SM/SM)	_	ESS01 - HBOCs
ES04 -H (CG/SM)	ES05 -	MS2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS
ES03C -LCH (CL/SM	D		·,	
Code opérateur de l'ar	nalyste: (23)	Code opérateur du	responsable: 18	
Date et paraphe:	04/08/06	Date et paraphe:	04108106	
	+ BA		Penroli	" (E)
Hors portée d'accrédit	ration:	7	Length	
	cart de la déclaration en ho	rs portée :		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

1/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Documents cités: E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés. Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Ajouter 50µL de SI

Décimation	Lavage à l'ether	Hydrolyse	Extraction - évaporation		
Désignation	Lavage a redict	11) 0101) 01	- dérivation		
	étapes en gris clair	étapes en trait épais	étapes en trait normal		
Blanc urinaire	*		*		
Références	*		*		
Aliquote échantillon	*	*	*		
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*		
Cq urinaire			*		

Opérations Service de services de données	Matériel Tube à vis (13*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	Réactifs et produits
a degreer Commerce of management	Dispensette Rolling	Diethylether (S06)
Control of the second	Centrifugeuse 4000tr/min	0 1 DEC. 2005
Recuperate general apprince and est.	Pipette Pasteur Poire de prélèvement	
		, ***
Transcitution de la	Bain à sec	Azote SPECIME
กราง - เมลา เมลา เมลา เมลา เมลา เมลา เมลา เมลา	Becher ASSURANCE	QUALITÉ
Andreas de la company de l La company de la company de	LND	D
Prise d'essai = 2 mL	Tube échantillon Gilson (12.5*10 Pipette Biohit 1-5mL, cône	00)

Pipette à poussée positive

Cône eppendorf

17aMethyltestosterone

(SI3-) à 4mg/L

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références Pipette à poussée positive Cône eppendorf

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14 Vortex Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH= $6.5 \text{ à } +4^{\circ}\text{C}$ (cf M-P-05)

(CI

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser Compte gouttes

betaglucuronidase +4°C (b-glu) à

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Gilson

SPECIMEN

Centrifuger 5 min

Centrifugeuse 4000tr/min

Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)

Condition

Cartouche SPE C18
Tube recueil Gilson (12.5* 100)

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100μL Réactif H2 (cf M-P-

milton 100µL 03B)

Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A Vial plastique

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

3/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

	Pasania america (2002)		
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	Contini
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	festion_
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	A THE STATE OF THE
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	1 Olar
			/ //

	Motif	Date
Nº Version		15/09/2003
В	Création du document.	10/09/2004
С	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	
D	Suppression de I-CONF-24E	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote echantillon	01/12/2005

A STATE OF THE PROPERTY OF THE STATE OF THE

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT ENREGISTREMENT Date: 13/09/2005														
	1	FICHE DE SUI	VI DES ALIQUO	OTES POUR LA	CONFIR	MATIO!	i/C0	NTRE	EXPE	RTIS	E EN C	C			
Echanti		178/07	39547		Mode op	ératoir	e d'ex	ctract	ion :	,	M-E	<u> </u>		B	
Da	Tompérature en				en °C	1	/aleu		chée	_		Par	aphe		-
		oHmet n°:		21.8			5,	18		-		1	9/1	_	
03/08/				7 T 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1		-	Ź,	025	- 1			1	10		
03/08/		Refract n°									. [a	нч	2	
Date de	e mise à	l'ambiant de		03/08/06		Heur	г		à l'an H O				<u> </u>	1	_
Prise d	'essai Pl	Ε: - [2		Heure d	le la Pi				싁	Vole	_			mI)]
	[Donneur	Densité	Facteur de o	lilution	+-		(en	mL)	-	VOIC	au a	Oute	CIT	1112)
Echar	ntillon	CHISTON NO	and the same of	1/1				m (=		
	anc	45	1,022	1/1			2					=	_		
		. · · · .			Vol	ume pr	élevé	en µ		_	c ref	_		_	
Substan	nce (TP	REF. SI)	Code sol ref	Conc sol ref	1 2	2 3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI: A	of land	tertostran	513-0467	4 mg/L	50		-	_	_	100	-	-	-	-	\vdash
22.70	- Aller			01			-	-	-	0	-	+	+	-	+-
Tex	toster	eul	410-035-2	1mg/p1	4		-	-	-	2	+	+	+	-	
		Strail	H7-032-1.1	1 mg /pt	4	+	+-	+-	+	12	+	+	1	1	+
7 0				4,	1	- ·	+	+	+-	30	\vdash	1	T	\top	\Box
Tes	taste	lail	H10-034-1	10mg F	10	\dashv	+	+	+	5	1				
Egi	testos	livare_	H7-033-1.1	1 mg / p)	3,6	\dashv	+	1	1	180					
Tes	tastin	cerl	H10-035	100 m/r	12	$\neg \vdash$	\top	T	1	30				1	
	testos		H7.032.2	10 m /pl	7,2		\top	1		360					
	taster		H10-034	471.	12		\top	1		60			1	1	\perp
Equ	iterto	trail	H7-033-2	1 -10-78	1			-						_	
			177 1/50	t Dágunéré à	To To	lentific	ation	du n	natéri	el uti	lisé	\top	P	araph	e
Ope	ération	Date	1	Récupéré à						,			•	<u> </u>	,
La	avage	03/08/06			Pain	à sec	,o.	ā	roi	J				T	,
Evap	oration	03/08/06	12H30	13 HOO				1	-			1		T	
Inc	ubation	/		Contraction of the Book of	T (°C						1	+		-\ -	
Mis	se à pH	03/08/06	13405	1	Code	tampo	on:	12	0+0		T	-	1	$\frac{1}{2}$	}
	drolyse	1	13410	14410	Dlu	enzyme e n° :		1/0	2106			-	(2	3	
	. :	03/08/06	13770	PIGHTO		NH4O						\neg	_		1.
		1 .	11,400	15425	l				. ,					1	
Ext	traction	03/08/06	14H20	75 1125	Gils	on n°:	1					_		(
Sto	ockage	-			Lieu	1:						+	-i) for	1
	poration	03/08/06	15430	16400		n à sec		17				-	4	Z	—
Lva	poracion					ivatio		10				1		1	
						n à sec		75							
				_	1 -	ro end le ou d	lu du	réac	tif 1	10	169/	, I			
Dé	rivation	03/02/06	16405	1642		rivatio		1000			10010	0.			
						n à sec							,	1	
,						réacti							· .	<u>ر</u>	
-			+/			in à sec									/
	poration	1	/											/	
R	Reprise		/	W4.28.36.46	/								7		
St	tockage		*		Lie	u:							1/		

dlu: date limite d'utilisation

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

(X) Save Copy of Method With Data

() Pre-Run Cmd/Macro =

(X) Data Acquisition

(X) Data Analysis

() Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

> END OF TOPLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS ------

Sample Inlet: Injection Source: GC ALS Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 160 'C (On) Initial time: 0.00 min

Maximum temp: 325 'C Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

Rate Final temp Final time

1 4.00 255 0.00 2 30.00 300 2.75

3 0.0(Off) Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On) Pressure: 170.0 kPa (On)

Split ratio: 12.1:1 Split flow: 11.3 mL/min Total flow: 14.8 mL/min

Gas saver: Off Gas type: Helium

COLUMN 2 COLUMN 1

Thu Aug 03 14:52:27 2006 Method: MAN27.M

Page:1

```
HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
 Max temperature: 350 'C
  Nominal length: 25.0 m
 Nominal diameter: 200.00 um
 Nominal film thickness: 0.11 um
  Mode: constant pressure
  Pressure: 170.0 kPa
  Nominal initial flow: 0.9 mL/min
  Average velocity: 40 cm/sec
  Inlet: Front Inlet
  Outlet: MSD
  Outlet pressure: vacuum
                                       BACK DETECTOR (NO DET)
FRONT DETECTOR (NO DET)
                                       SIGNAL 2
SIGNAL 1
                                          Data rate: 20 Hz
  Data rate: 20 Hz
                                          Type: test plot
   Type: test plot
                                          Save Data: Off
                                          Zero: 0.0 (Off)
   Save Data: Off
   Zero: 0.0 (Off)
                                           Range: 0
   Range: 0
                                           Fast Peaks: Off
   Fast Peaks: Off
                                           Attenuation: 0
   Attenuation: 0
                                        COLUMN COMP 2
                                           (No Detectors Installed)
COLUMN COMP 1
   (No Detectors Installed)
 THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
   Description: Interface
   Initial temp: 280 'C (On)
    Initial time: 0.00 min
       # Rate Final temp Final time
          0.0(Off)
       1
                                         POST RUN
                                            Post Time: 0.00 min
                                             Parameter & Setpoint
 TIME TABLE
               Specifier
    Time
                               7673 Injector
      Front Injector:
                                       0
          Sample Washes
                                       0
          Sample Pumps
                                    2.0 microliters
          Injection Volume
                                    10.0 microliters
          Syringe Size
          PostInj Solvent A Washes
                                        3
                                        3
          PostInj Solvent B Washes
                                        0 seconds
          Viscosity Delay
                                     Fast
          Plunger Speed
                                     0.00 minutes
          PreInjection Dwell
                                     0.00 minutes
          PostInjection Dwell
       Back Injector:
  No parameters specified
                                  MS ACQUISITION PARAMETERS
```

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Capillary Column

Method: MAN27.M

Model Number: Agilent 19091Z-002

(not installed)

Page:2

General Information

: atune.u Tune File Acquistion Mode : SIM

MS Information ------

: 2.50 min Solvent Delay

: False EM Absolute : 400 EM Offset Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1 Group ID Resolution

: 1 : Low Plot 1 Ion

Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) 50) (327.3, 50) (209.3, 50) (301.3, (341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50)

(432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad MS Source : 150 C maximum 200 C : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings ------

Sort By: Signal

Output Destination Screen: No

Printer: Yes

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page:3 39

```
File:
Integration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method: No
Signal Correlation Window: 0.020
Quantitative Report Settings
Report Type: Summary
 Output Destination
    Screen: Yes
    Printer: No
    File: No
Generate Report During Run Method: No
 Quanti T/E
 Calibration Last Updated: Thu Aug 03 09:24:50 2006
 Reference Window: 2.00 Minutes
 Non-Reference Window: 1.00 Minutes
 Correlation Window: 0.10 minutes
 Default Multiplier: 1.00
 Default Sample Concentration: 0.00
  Compound Information
                                                (ISTD TR)
  Ret. Time 20.90 min., Extract & Integrate from 20.40 to 21.40 min.
  1) Methyltestosterone
          Conc (ng/mL) Response
  Lvl ID
                        4741732
            100.000
 1
                         3738708
             100.000
  2
             100.000
                         4816134
      ISTD conc: 100.000 ng/mL
  Curve Fit: Linear
  Ret. Time 18.49 min., Extract & Integrate from 17.99 to 18.99 min.
  Lvl ID Conc (ng/mL)
                         Response
                         129729
               5.000
                          534747
              30.000
                          1904191
              60.000
```

Curve Fit: Linear, forced through origin

Method: MAN27.M

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No Printer: Yes File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality

DEMO.L

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No Printer: Yes File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes
Printer: No
File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page:41

USADA 0269

```
Quantification du rapport T/E
 Calibration Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006
 Reference Window: 2.00 Minutes
 Non-Reference Window: 1.00 Minutes
 Correlation Window: 0.10 minutes
 Default Multiplier: 1.00
 Default Sample Concentration: 0.00
  Compound Information
                                               (ISTD TR)
  1) Methyltestosterone
  Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.
  Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
  Tgt 301.30
         Conc (ng/mL) Response
  Lvl ID
           100.000 3782021
100.000 3011193
100.000 3783290
1
  Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
  Curve Fit: Linear
                                                 ( )
   2) Epitestosterone
   Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.
   Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
   Tgt 432.40
   Lvl ID Conc (ng/mL) Response
            5.000 294592
   1
                          1324358
               30.000
                         3442296
   Qualifier Peak Analysis ON
   Curve Fit: Linear
                                                  (TR)
    3) Testosterone
   Ret. Time 19.30 min., Extract & Integrate from 18.80 to 19.80 min.
               Rel Resp. - Pct. Unc. (rel) Integration
    Signal
                                              man27.e
    Tgt 432.40
    Lvl ID Conc (ng/mL) Response
              30.000 1845917
180.000 7860237
    1
              180.000 7860237
360.000 20557109
    3
    Qualifier Peak Analysis ON
                                                                   Page: 42
                              Fri Aug 04 07:32:57 2006
```

Method: MAN27.M

USADA 0270

Curve Fit: Linear

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\0308.S

Comment:

Operator: 23

Data Path: D:\Msd20\aout06\0308\

Pre-Seq Cmd: Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run (X) Full Method

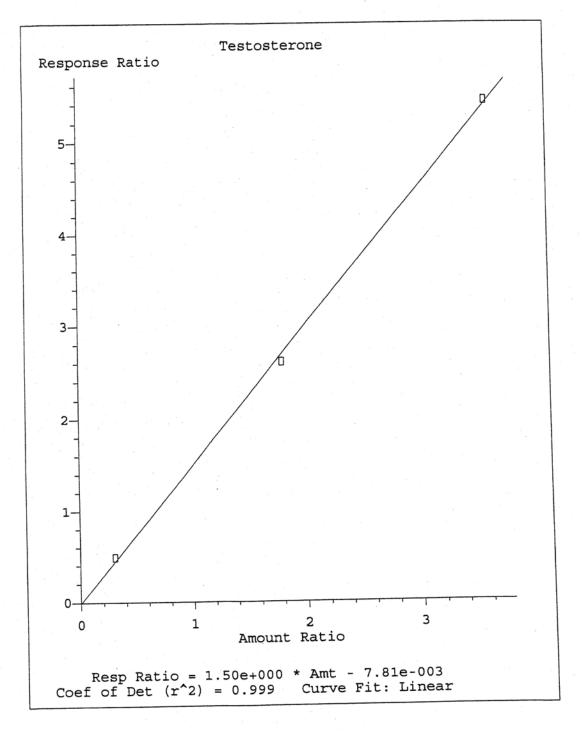
On A Barcode Mismatch

(X) Inject Anyway
() Don't Inject

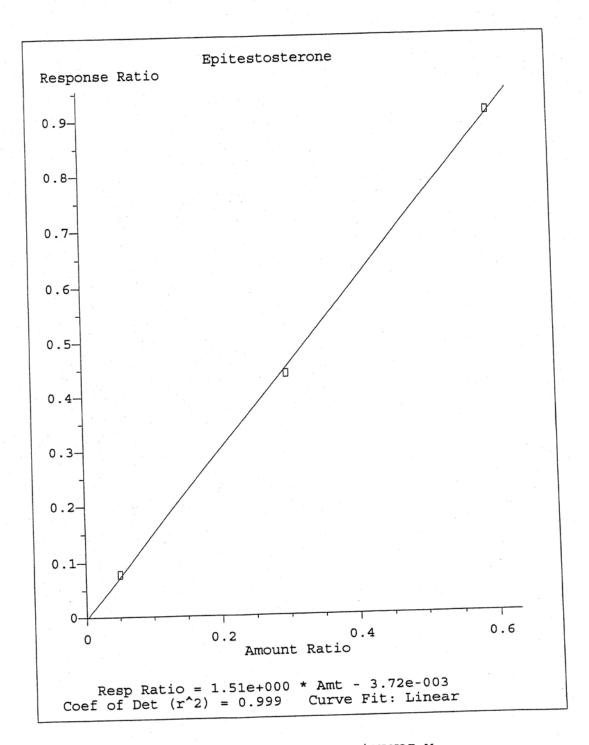
() Reprocessing Only

Line Type	Vial DataFile Method	Sample Name
1 Sample 2 Sample 3 Sample 4 Sample 5 Sample 6 Sample 7 Sample 8 Sample 9 Sample 10 Sample 11 Sample 12 Sample 13 Sample 14 Sample	1 R1 MAN27 2 TPTE MAN27 1 R2 MAN27 3 BLUTE MAN27 4 1780774A MAN27 5 1780774B MAN27 6 1780774C MAN27 7 1780774S MAN27 1 R3 MAN27 1 R3 MAN27 8 BLURTE MAN27 9 REF1TE MAN27 10 REF2TE MAN27 11 REF3TE MAN27 11 REF3TE MAN27	itms TP TE 2 itms BLU TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 TE itms BLU TE BLU + T30 E5 BLU + T180 E30 BLU + T360 E60 CQ TE 001

Séquence vérifiée par :	
Remarques:	
	•



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

File:

D:\Msd20\aout06\0308\BLUTE.D

Operator:

23

Date Acquired:

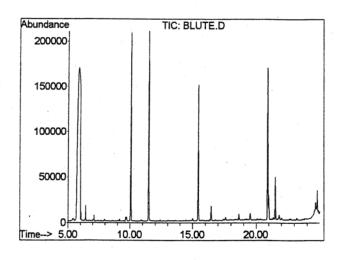
3 Aug 2006 18:12 MSD 20

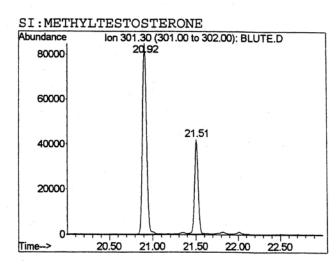
Instrument: Method File: Sample Name:

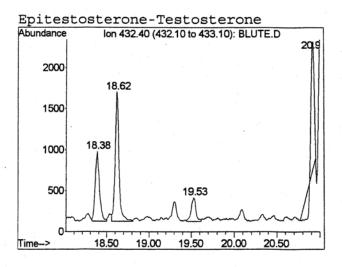
MAN27 BLU TE

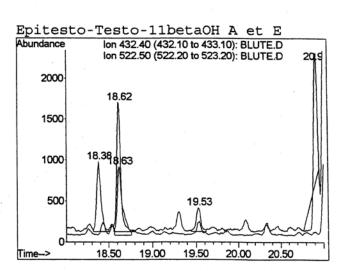
Misc Info:

Vial Number : 3









File: D:\Msd20\aout06\0308\BLURTE.D

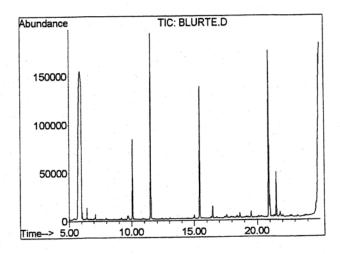
Operator: 23

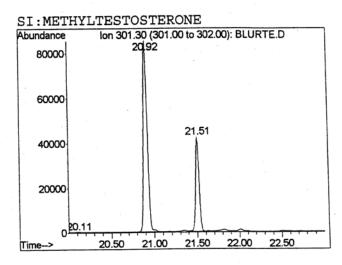
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:18

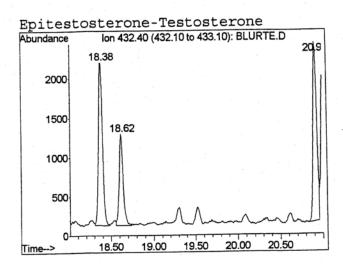
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: BLU TE

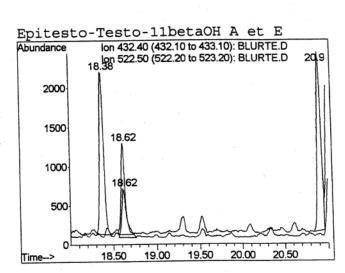
Misc Info:

Vial Number : 8









File: D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D

Operator: 23

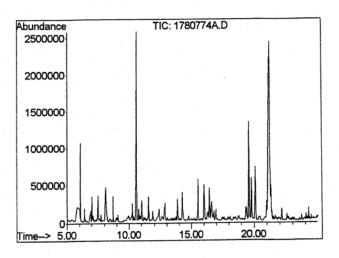
Date Acquired: 3 Aug 2006 18:43

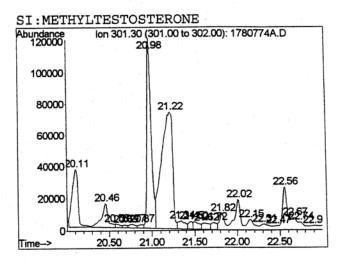
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

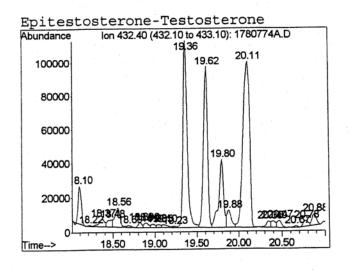
Sample Name: B 178/07 995474 TE

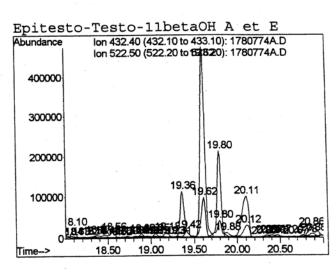
Misc Info:

Vial Number : 4









D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D

Data File Path

D:\MSD20\AOUT06\0308\

Data File Name

1780774A.D

Operator

23

Date Acquired

8/3/2006 18:43

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

B 178/07 995474 TE

Vial Number

Calibration Title

Quantification du rapport T/E

Last Calibration Update

Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	<u>Name</u>	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.98	301.3	Methyltestosterone	3971127	100.00	ng/mL
2)	1015	18.56	432.4	Epitestosterone	342595		ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3733052	63.15	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.9	10.6

D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774B.D

Data File Path D:\\

D:\MSD20\AOUT06\0308\

Data File Name

1780774B.D

Operator Date Acquired

8/3/2006 19:14

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

VIAINZ I

Vial Number

B 178/07 995474 TE

23

Calibration Title

.

Last Calibration Update

Quantification du rapport T/E

Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	<u>Name</u>	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	3356149	100.00	ng/mL
2)		18.57	432.4	Epitestosterone	279871	5.75	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3079122	61.64	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.0	10.7

File: D:\Msd20\aout06\0308\1780774B.D

Operator: 23

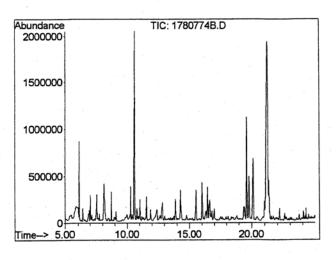
Date Acquired: 3 Aug 2006 19:14

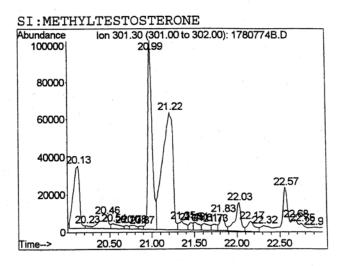
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

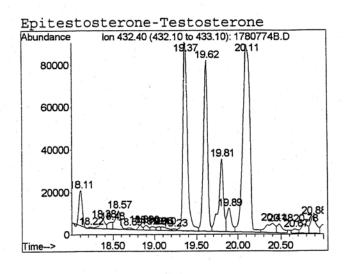
Sample Name: B 178/07 995474 TE

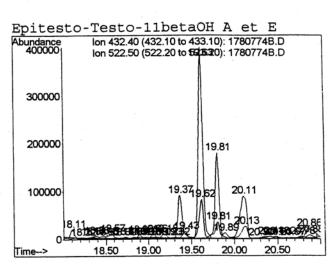
Misc Info:

Vial Number : 5









D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774C.D

Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774C.D

Operator 23

Date Acquired 8/3/2006 19:45 Acq. Method File MAN27

Sample Name B 178/07 995474 TE

Vial Number

Calibration Title Quantification du rapport T/E Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

· <u>#</u>	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	4098783	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	329392	5.55	ng/mL
3)	* .	19.37	432.4	Testosterone	3670090	60.18	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.1	10.8

File: D:\Msd20\aout06\0308\1780774C.D

Operator: 23

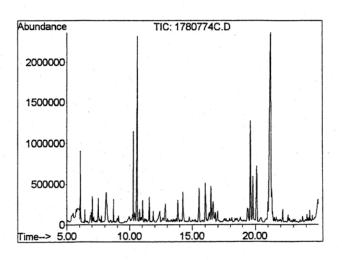
Date Acquired: 3 Aug 2006 19:45

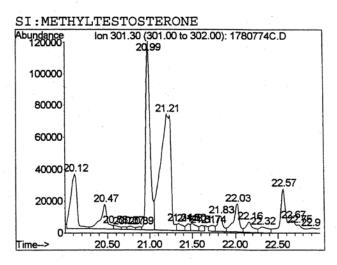
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

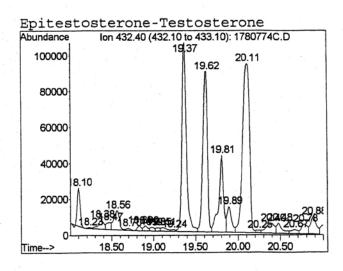
Sample Name: B 178/07 995474 TE

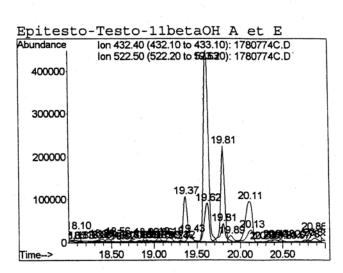
Misc Info:

Vial Number : 6









D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774S.D

 Data File Path
 D:\MSD20\AOUT06\0308\

 Data File Name
 1780774S.D

Operator 23

Date Acquired 8/3/2006 20:16 Acq. Method File MAN27

Sample Name B 178/07 995474 ssh TE

Vial Number

Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

<u>#</u>	Peak Type	Ret Time	Signal	<u>Name</u>	Target Response	Amount	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.97	301.3	Methyltestosterone	3924981	100.00	ng/mL
2)		18.62	432.4	Epitestosterone	11645	0.44	ng/mL
3)	*	19.38	432.4	Testosterone	41499	1.22	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
3.6	2.8

File: D:\Msd20\aout06\0308\1780774S.D

Operator: 23

Date Acquired: 3 Aug 2006 20:16

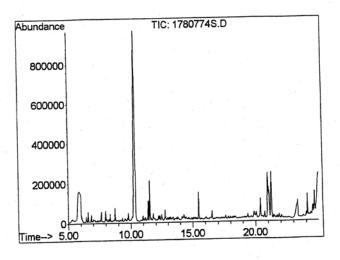
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

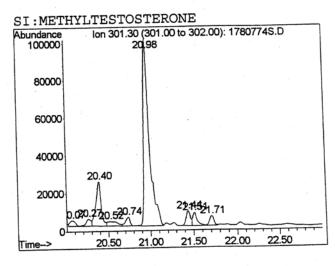
Sample Name: B 178/07 995474 ssh TE

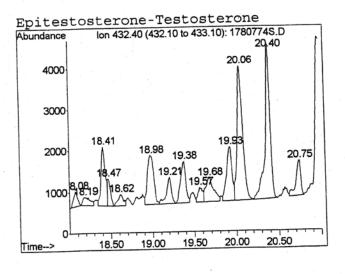
Misc Info:

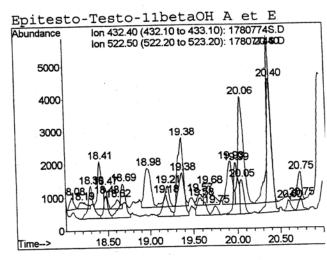
Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\aout06\0308\REF1TE.D

Operator: 23

Date Acquired: 3 Aug 2006 21:49

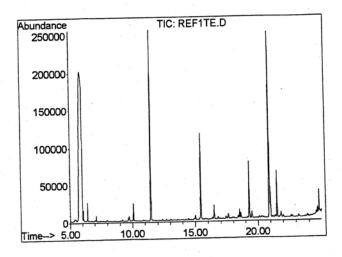
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

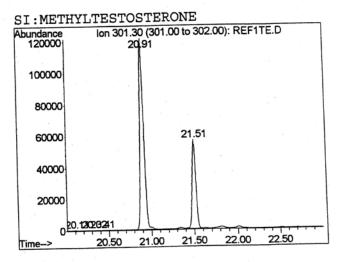
Sample Name: BLU + T30 E5

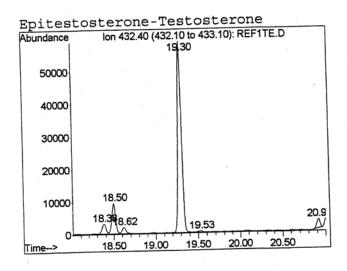
Misc Info:

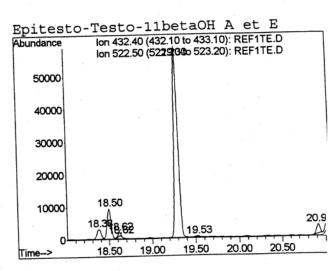
Vial Number : 9

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\aout06\0308\REF2TE.D

Operator: 23

Date Acquired: 3 Aug 2006 22:20

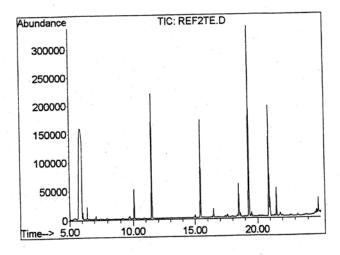
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

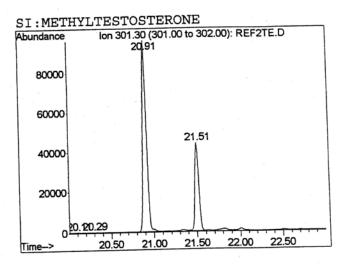
Sample Name: BLU + T180 E30

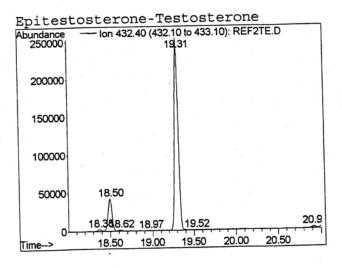
Misc Info:

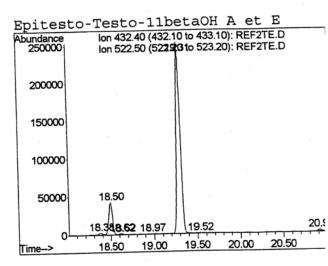
Vial Number : 10

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\aout06\0308\REF3TE.D

Operator: 23

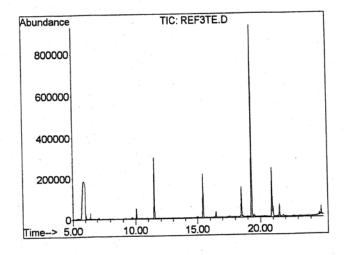
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:51

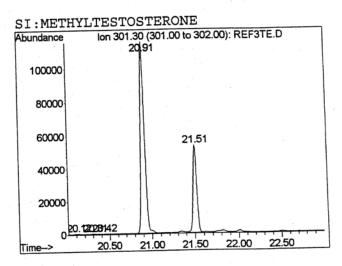
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

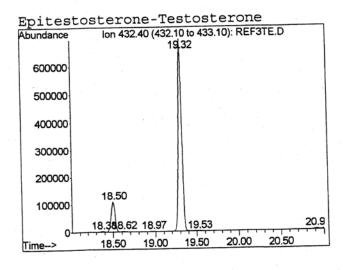
Sample Name: BLU + T360 E60

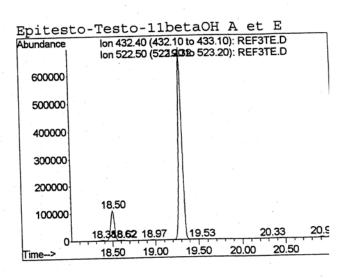
Misc Info:

Vial Number : 11









LNDD	,	REGISTREME				Code: Version: Date: Page:	E-FCR- A 03/08/20 1/1	006
FICE	IE D'ANALYSE / RES	SULTAT - CO	NFIRMATIO	N SEMI-QUANTI	ATIVE	T/E (tro	is aliquotes)
araphe:								
chantillon:	478	3/07 994474		Dilution:	1/	1		
on de quantifica	tion Testo et Epitesto:	432	Ion de	quantification SI:	30)1		
Concentration de	e la référence 1 :	Testosterone:	30	Epitestostero	ne:	5	T/E théor	ique: 6
Concentration de	e la référence 2 :	Testostérone:	180	Epitestostero	ne:	30	T/E théo	rique : 6
Concentration de	e la référence 3 :	Testostérone:	360	Epitestostero	ne:	60	T/E théo	rique : 6
Fichier	Surface du SI	Surface Te	stosterone	Surface Epitestost	erone			
REF1 REF1T	E 3782021	1845	5917	294592				
REF2 REF2T	E 3011193	7860237		1324358				
REF3 REF3TE 3783290		20557109		3442296				
1780774A	3971127	3733	3052	342595				
1780774B	3356149	3079	9122	279871		· .		
1780774C	4098783	3670090		329392	٠,	,		
Fichier	Concentration T	'estosterone	Concentrat	ion Epitestostérone	Raj	port T/E e	n surface	1
	63,2		5,9	ng/mL		10,9		
1780774A	61,6	ng/mL	5,8			11,0		
1780774B	60,2	ng/mL	5,6	ng/mL		11,1		1
1780774C		ng/mL	5,7	ng/mL		11,0		1
Moyenne	61,7	ng/mL	ļ	ng/mL	+			1
Ecart type	1,5	ng/mL	0,2	ng/mL	Zen Were	0,1	त्रकार्यकृति विशेष्ट्री व	
Valeur final	61,7	ng/mL	5,7	ng/mL		All Land	Alam de de la companya de la company	
		Doutio à	vomnlin no	r le responsable				

Partie à rempli	r par le responsable
Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface): 4 Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E: 306	pour l'Epitestosterone : 30% pour la Testosterone : 20%
Valeur basse du l'apport 1/E.	Résultat : Anormal :
Valeur haute du rapport T/E: 14.3	Inclassable :
	Négatif :
Correction des concentrations en Testosterone et Epitestos	terone par la densité (cf doc E-INC-03):
Densité affichée	1.095 PARAPHE
Numéro du réfractomètre	9
Densité corrigée :	1025
Facteur de correction	J. J.
Concentration corrigée de Testosterone	45.7 nglob.
Concentration corrigée d'Epitestosterone	4.2 nglost

Ecart n°:

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

Numéro d'identification de l'appareil : MSD 20

THIMIDIS	Date: 03/08/06	•
1 - Source d'ion	nisation	Oui Non
	Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3% Repeller < 35 Ion time > 2 ms	4
Observations:		
2 - Etanchéïté	<u>du système</u>	Oui Non
MSD / Polaris	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10% Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 1	8
Observations:		
3 - Sensibilité		Oui Non
Screening Conf	Recal / Mix conforme TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier:	X
	TP conforme - Fichier:	

Observations:

Code opérateur et paraphe:



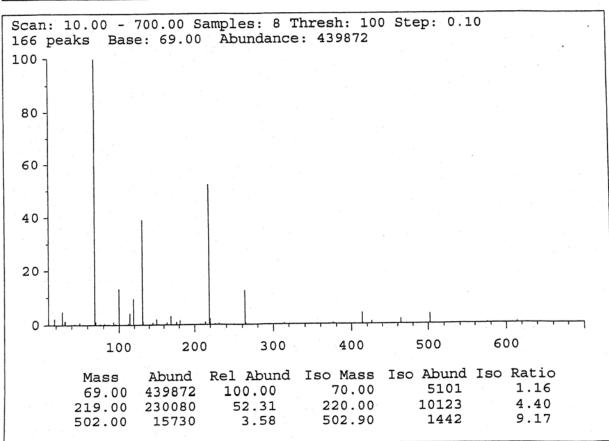
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

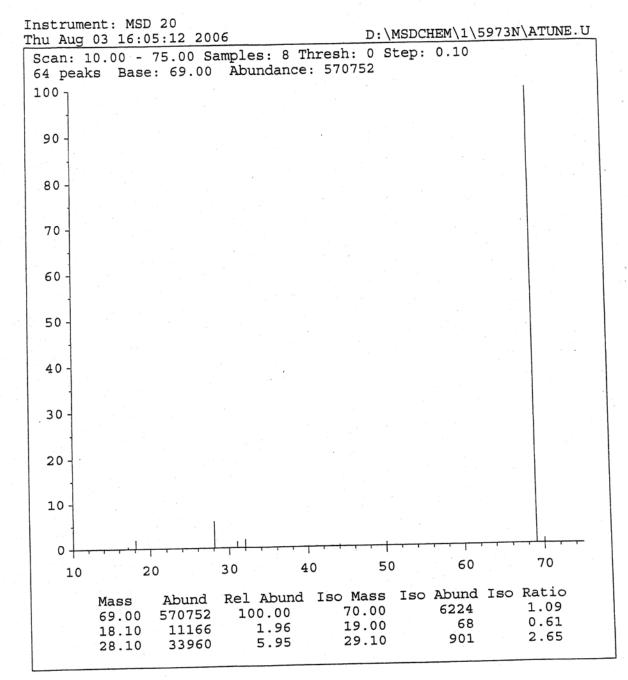
Instrument: MSD 20

Thu Aug 03 16:00:37 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Mass Ab	69.00 483164		218.90 247349		502.00 17083	Ion Pol POS MassGain 397
Pw50	0.62	Pw50	0.62	Pw50	0.64	Emission 34.6 AmuGain 2576 EleEnergy 69.9 AmuOffs 127 Filament 1 Wid219 -0.018
						DC Pol NEG Repeller 30.46 IonFocus 90.2 HED ON EntLens 11.5 EMVolts 1353 EntOffs 19.33
						Samples 8 PFTBA OPEN Averages 3 StepSize 0.10
						Zones: MS Source 230 Foreline 59 MS Quad 150
66	71	216	221	500	505	5





Current Params used: Rep = 30.5 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69 = 1.96 Water%
28/69 = 5.95 Nitrogen%
32/69 = 1.86 Oxygen%
44/69 = 0.40 Carbon Dioxide%
28/18 = 304.14 Nitrogen/Water%

File: D:\MSD20\AOUT06\0308\TPTE.D

Operator: 23

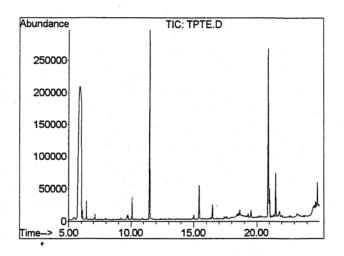
Date Acquired: 3 Aug 2006 17:10

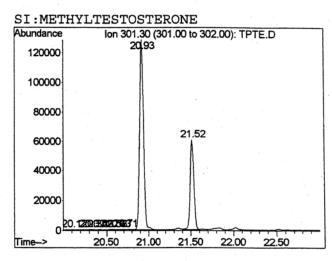
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: TP TE 2

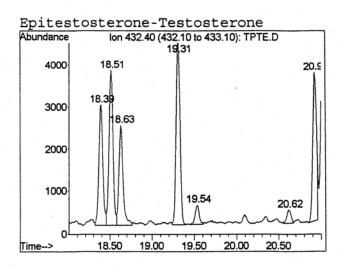
Misc Info:

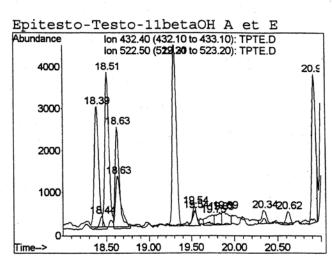
Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









Conntinuing and constant value for GC/C/IJCC/S

LNDD	ENREGIST	REMENT	Code : Version :	E-RECAP-01
		Date: 00		
	FICHE RECAPITULAT		PRESENTEES	
N° de laboratoire	the state with the second state of the second secon	CIRLANSHHIIBILLOINI		
,	218701	-	chantillon:	B995474
Produit(s) confirmé(,	opique 13C/12C	·.	
pH mesuré en conf	5.2	Densité a	affichée en conf :	1.025
			éfractomètre n° :	2
			Densité corrigée :	とつかく
Francisco Company of the Company of	(CIONTERIORI	KALUONI QULANLINIANTIN	YELLO	No. 1 (1)
Essai n°:	_	EC 31		
Mode opératoire de pré		M-EX- 24	Version :	C
Mode opératoire d'anal		M-AN- 52141	Version :	A/B
CG/SM (SCAN)	CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3	
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV [
IMM	EPO	CG/C/IRMS 2	Cytométrie	
	TODAMIRINATIK	NA REMATHORNAMENTA	MINTE CALLS	
Essai n°:	1 1 1 1 1	EC		
Mode opératoire de pré	paration :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'analy	/se :	M-AN-	Version :	
	CG/SM (SIM)	CC	G/SM (SCAN)	
CL/SM (SIM) [CL/SM2	CL/SM3	CL/UV [
Concentration estimée	e:	· .		
* Concentration corrigée	e :			
	CONTINENTAL	TO A THE PARTY OF THE PARTY	WIE	
Essai n°:			and the second section in the probability of the	
Mode opératoire de prép	paration :		Version :	
Mode opératoire d'analy		M-AN-	Version :	
CG/TSD [CG/SM (SIM)		G/SM (SCAN)	IMM
Concentration mesurée			5/5W (SCAIV)	
* Seuil corrigé :	·			
	ARINO E	STEACHE IRAPPUDAE		
ES02 -BBS (CG-SM)	The state of the s	B-HES (CG/SM)		ES06 - IMM
ES02C -EPH (CG/SM)				
·		ES08B -PS		ES07 -EPO
ES03 -CD (CL/SM)		CH (CL/SM/SM)		ESS01 - HBOCs
ES04 -H (CG/SM)	ES05 -M	S2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS
ES03C -LCH (CL/SM)				
Code opérateur de l'analy		Code opérateur du resp	onsable : ų q	
Date et paraphe:0908	106	Date et paraphe : osl	M. 20180	
	G		- diagram	†
Hors portée d'accréditatio				. •
	de la déclaration en hors penregistrement est à arch			
* à remnlir nar le response		iver dans le dossier de	•	DA 0204 65

* à remplir par le responsable

USADA 0294

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C

Date :17/01/2006

1/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	APPLICABLE le
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	1 9 JAN. 2006
Transvaser le surnageant dans tube prélablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	ASSURANCE QUALITÉ L N D D
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

2/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Vortex	
The second secon		
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 μl de pyridine Ajouter 50 μl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 μl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine désséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale	Vortex	
Agiter 5 secondes et boucher		
Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	SPECIMEN
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

3/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Sertir et Agiter 10 secondes

<u>pérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 μl ou de 100 μl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µ
Ajouter 200 μl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 μl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du ube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	SPECIMEN
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 μl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	01 20
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 μl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	
rès analyse GC/MS :		
Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 μl ou de 100 μl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/m
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 μl ou 1ml	Hexane

Capsules à sertir - Vortex

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C Date :17/01/2006

4/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	Pagage
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	Byson
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	ATTITUTE S
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	n) early

EVOLUTIONS

No Version	Motif	Data
1	Création du document.	Date
2		03/06/2002
	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
В	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
С	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

SPECIMEN

-	-	-		_
1	•	П	``	г
	. 17	, ,	,	

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

1/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Mode	opératoire	d'extraction:
------	------------	---------------

M-EX-24

Ech antillon:

TASICH B 995 474

Sexe:

M X F

Miseà l'ambiant de l'échantillon:

Date : 031087 06

9412 Heure:

Prise d'essai:

Volume:

30 mL

Heure:

J11403

Paraphe:

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	० श्च ०८	pHmet n°: 🏅	21,8	5,18	126
Densité	<i>०</i> आळ।०€	Refract n°: 2		1.025	ned-

Blanc urinaire:

Pool 4

Densité:

1.023

Prise d'essai : KmL

Paraphe:

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première	0810810C	11426		Rapid Trace: RTORD	28 C
extraction	<u>એ।%।%</u>		J34∞		Ter
Stockage à		Commenced and the control of the con		Lieu: CH-FR.1	
4°C			and the second second second		
Evaporation	D18018C	13403	18448	Bain à sec (BSE) : 521	28ef
Stockage à				Lieu : CH-FR.1	
4°C					,
Hydrolyse	08108106	734.22		Code du tampon : MGTTRAS.	20°C
	ত্রম ৩৪।৩६		しし HST	Code du tampon : pt65 TRAA. S DLU* de la βGlu : A. S. S6 Etuve n° : 5	7
Deuxième	20180120	صرابحار		Rapid Trace: QTOQT	260 F
extraction	On08106		16452		
Stockage à		and the second s		Lieu: CH-FR 1	
4°C			the section of the se		

^{*}DLU: date limite d'utilisation

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G Date: 17/01/2006

2/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Par
Evaporation	0310810€	J6#55	18400	Bain à sec (BSE) : S21	Parapho
Stockage à 4°C				Lieu: CH-FR.1	- et
A - 5 1 11					
Acétylation	୍ୟାଚ୍ଞାଚ୍ଚ	78402		DLU* Anhydride acétique 🔜 👢 😪	18cf
	व्याळाळ		9+14	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	e410810	9414	9420	Bain à sec (BSE): 52	Ref
Tro isième extraction	24108100	9423		Rapid Trace: 27012	Decf
	<u>क्ताब्धाक</u>		20#49		Dec+
Stockage à 4°C		and the state of t		Lieu: CH-FR .1	
4.0				Dica , Cherry ,	
Evaporation	न्माञ्चाक	10452	12 ¹¹ 50	Pain to many and	6
tockage à			2230		Ref
4°C				Lieu: CH-FR .1	
jout SI,	क्राळा ट	124ST		0.1.1.0	
lise en vial	20180110		20181	Code du SI (0,2mg/mL): H67-	35°t
vaporation	<u>क्राव्हाव्ह</u>	13409			<i>(</i>
	04108106			Bain à sec (BSE): SU	sect.
ockage à	14.		Smgr.	Time GYV TO	
°C			and the second s	Lieu: CH-FR_1	5

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (μl)	3	w	3
Volume hexane (µl)	صد	400	100

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006 3/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	आव्याक	م ۱۳/۱۲۵			Bet
Injection	क्ता ळी द	13422		MSD 22	22
CG/MS	खपा <i>०</i> श्चर		سهس		-
Ajout du SI si nécessaire	04108/01	16445		Code du SI (200ng/μL) : H67-	Sec.
Evaporation	०५(०८)५८	JB455	28455	Bain à sec (BSE) : S2	28.F
Stockage des				Lieu: CH-FR.1	
vials à 4°C					

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
	;				
	. · ·		*		

Analyse par GC/C/IRMS

		Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	13	82	7
Volume final hexane (µl)	250	870	45

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

4/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	<u> ज्या</u>	76H28			But
Injection GC/C/IRMS	व्य १०८१ ०६	משיידו		ISOPRIME 1	Bot

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
ė.					
			1. T.		

Ecarts nº:

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

TOPLEVEL PARAMETERS

```
Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
  Method Sections To Run:
    ( ) Save Copy of Method With Data
    ( ) MSTOP
                          Pre-Run Cmd/Macro =
    ( ) Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro = ( ) Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
    ( ) Data Analysis
    (X) Data Acquisition
   (X) Data Analysis
    ( ) MSTOP
                          Post-Run Cmd/Macro =
 ( ) Instrument Control Post-Run Cmd/Macro =
    ( ) Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =
 Method Comments:
    This is the default method
                               END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                               INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
      6890 GC METHOD
      OVEN
   Initial temp: 70 'C (On)
Initial time: 1.00 min
                                           Maximum temp: 325 'C
                                           Equilibration time: 0.50 min
    Ramps:
      # Rate Final temp Final time
1 30.00 270 12.00
2 10.00 300 3.00
      3 0.0(Off)
   Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
   Run time: 25.67 min
FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)
                                       BACK INLET (UNKNOWN)
   Mode: Splitless
   Initial temp: 280 'C (On)
   Pressure: 145.0 kPa (On)
   Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
   Total flow: 25.4 mL/min
   Gas saver: Off
Gas type: Helium
DLUMN 1
                                        COLUMN 2
   Capillary Column
                                           (not installed)
   Model Number: Agilent 19091s-433
   Max temperature: 325 'C
   Nominal length: 30.0 m
   Nominal diameter: 250.00 um
   Nominal film thickness: 0.25 um
   Mode: constant pressure
   Pressure: 145.0 kPa
  Nominal initial flow:
                         2.3 mL/min
   Average velocity: 56 cm/sec
   Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
   Outlet pressure: vacuum
ethod: MAN_52.M
                           Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                 Page: 1
```

```
FRONT DETECTOR ()
                                          BACK DETECTOR ()
 SIGNAL 1
                                          SIGNAL 2
Data rate: 20 Hz
Type: test plot
                                             Data rate: 20 Hz
                                             Type: test plot
   Save Data: Off
                                             Save Data: Off
    Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
                                             Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
   Fast Peaks: Off
                                             Fast Peaks: Off
   Attenuation: 0
                                             Attenuation: 0
 _COLUMN COMP 1
                                          COLUMN COMP 2
   (No Detectors Installed)
                                             (No Detectors Installed)
 THERMAL AUX 2
    Use: MSD Transfer Line Heater
    Description:
   Initial temp: 300 'C (On)
Initial time: 0.00 min
       # Rate Final temp Final time
       1
         0.0(Off)
                                          POST RUN
                                             Post Time: 0.00 min
  IME TABLE
    Time
               Specifier
                                              Parameter & Setpoint
                               7673 Injector
      Front Injector:
        Sample Washes
         Sample Pumps
        Injection Volume
                                     1.0 microliters
        Syringe Size
                                   10.0 microliters
        PostInj Solvent A Washes
PostInj Solvent B Washes
                                       3
        Viscosity Delay
                                       3 seconds
        Plunger Speed
                                   Fast
        PreInjection Dwell
                                  0.00 minutes
        PostInjection Dwell
                                  0.00 minutes
     Back Injector:
o parameters specified
 Column 1 Inventory Number : ?
Column 2 Inventory Number:
                                 MS ACQUISITION PARAMETERS
eneral Information
rune File
                         : atune.u
cquistion Mode
MS Information
| -----
Solvent Delay
                        : 9.00 min
M Absolute
                         : False
 M Offset
Resulting EM Voltage
                        : 1905.9
Scan Parameters]
Low Mass
                        : 50.0
sthod: MAN_52.M
                       Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                    Page: 2
```

```
ligh Mass
                           : 550.0
 fhreshold
                          : 150
: 2
 Sample #
                                     A/D Samples
 lot 2 low mass
lot 2 high mass
                          : 50.0
                          : 550.0
  [MSZones]
 1S Quad
                           : 150 C maximum 200 C
 1S Source
                           : 230 C
                                    maximum 250 C
                               END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                            END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                            DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
 Percent Report Settings
Sort By: Signal
utput Destination
    Screen: No
Printer: Yes
    File:
             No
 ntegration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method: No
 ignal Correlation Window: 0.020
ualitative Report Settings
reak Location of Unknown: Apex
Library to Search
                      Minimum Quality
C:\temp\IRMS.L
ntegration Events: AutoIntegrate
Report Type: Summary
utput Destination
  Screen: No
    Printer: Yes
  File:
            No
enerate Report During Run Method: No
uantitative Report Settings
ethod: MAN_52.M
                       Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                   Page: 3
```

Report Type: Summary

)utput Destination Screen: Yes Printer: No

File:

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent Non-Reference Window: 5.00 Percent Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

efault Sample Concentration: 0.00

Compound Information

*** Empty Quantitation Database ***

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Method: MAN 52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 4

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2006\Aout06\0408.S Operator: 26 Data Path: D:\MSD22\AOUT06\0408\ Pre-Seq Cmd: Instrument Control Pre-Seq Cmd: Data Analysis Pre-Seq Cmd: Post-Seq Cmd: Instrument Control Post-Seq Cmd: Data Analysis Post-Seq Cmd: Method Sections To Run
(X) Full Method

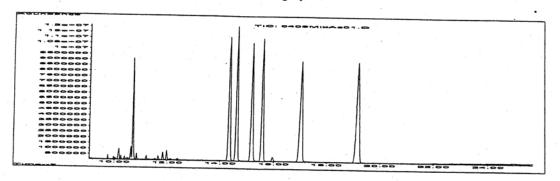
On A Barcode Mismatch
(X) Inject Anyway (X) Inject Anyway
() Don't Inject () Reprocessing Only Line

1) Calibration 1
Datafile 0408MixAc01
MAN 52
MAN 52 Sample Name/Misc Info Blank 2 blu1f3 MAN_52 Blu 1 F3 Sample 3 Datafile 17807474f3 Method MAN 52 4) Blank 4 blulf1 5 MAN_52 Blu 1 F1 5) Sample Datafile 17807474f1 Method MAN 52 Blank 6 blulf2 MAN_52 Blu 1 F2 7) Sample Datafile 17807474f2 Method MAN_52 Séquence vérifiée par : 26 Remarques:

 $\frac{1}{1}$

D:\Msd22\Aout06\0408\0408MixAc01.D

Data File Name 0408MixAc01.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 9:43
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 50
Vial Number 1
Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.70		258	14,559,348
Etiocholanolone AC	14.37	1.343	272	27,927,453
Androsterone AC	14.63	1.368	272	46,140,764
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.420	256	27,022,036
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.58	1.457	316	37,046,436
11 KetoEtiocholanolone AC	17.09	1.597	271	36,707,461
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.21	1.796	284	45,892,036

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,126,010	103.9
Etiocholanolone AC	257	17,606,728	63.0
Androsterone AC	257	19,683,079	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	24,536,719	90.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	21,410,205	57.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	30,056,893	81.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,822,025	56.3

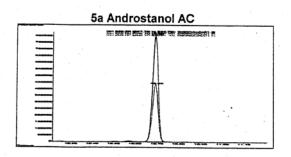
M3 signal

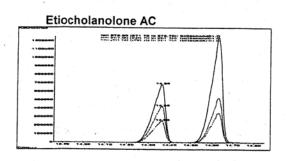
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,054,385	55.3
Etiocholanolone AC	201	10,598,971	38.0
Androsterone AC	218	13,895,009	30.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	20,649,090	76.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	18,348,951	49.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	22,112,785	60.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,834,532	28.0

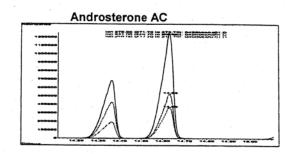
Page 1 of 2

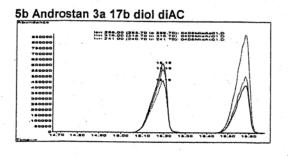
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

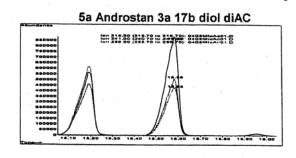
8/4/2006 10:14 AM

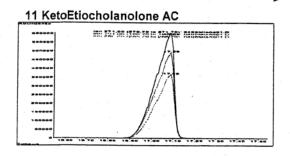


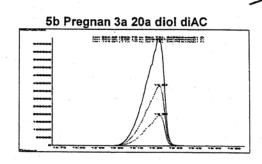












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 10:14 AM

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f1.D

Data File Name blu1f1.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

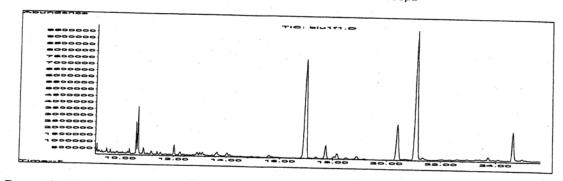
Date Acquired 8/4/2006 14:26

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F1

Vial Number 4

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Det Time	5.15.15		
	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67	,	258	5,520,561
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0,020,001
Androsterone AC	0.00	0.000		U
5b Androstan 3a 17b diol diAC			272	0
		0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	. 0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.01	1.594	271	37 8EE 670
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,		27,855,670
	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,774,860	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,757,434	81.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

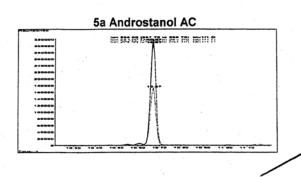
M3 signal

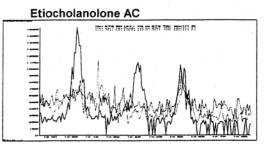
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,105,342	56.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,920,850	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

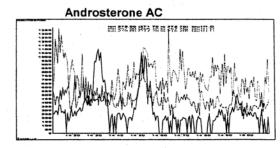
Page 1 of 2

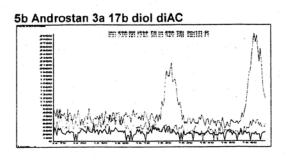
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

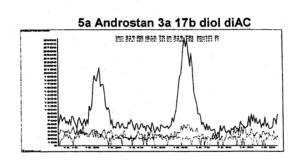
8/4/2006 2:54 PM

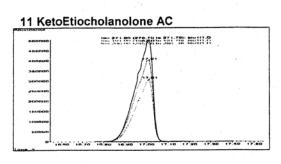


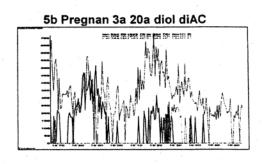












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:54 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f1.D

Data File Name 17807474f1.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

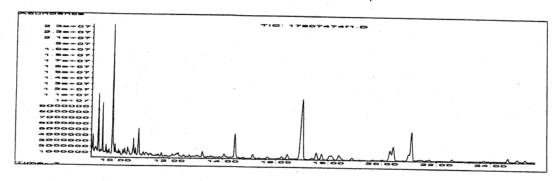
Date Acquired 8/4/2006 14:59

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F1

Vial Number 5

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,012,619
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	Õ
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	46,222,964
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,291,627	105.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,126,360	78.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

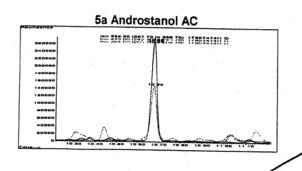
M3 signal

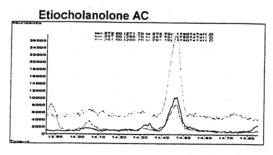
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,048,558	60.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256°	. 0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,286,843	61.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

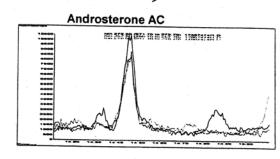
Page 1 of 2

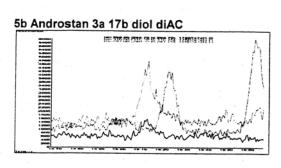
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

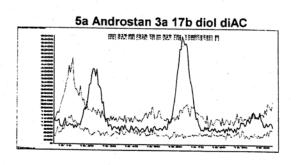
8/4/2006 3:27 PM

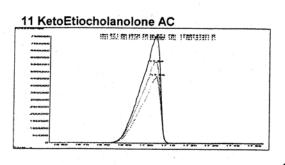


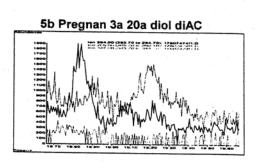












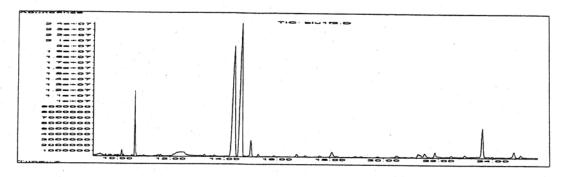
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 3:27 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f2.D

Data File Name blu1f2.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 15:31
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F2
Vial Number 6
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68	* *	258	20,287,078
Etiocholanolone AC	14.40	1.348	272	77,262,593
Androsterone AC	14.68	1.375	272	150,213,193
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0 '
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	20,899,494	103.0
Etiocholanolone AC	257	47,707,175	61.7
Androsterone AC	257	63,281,939	42.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	. 0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

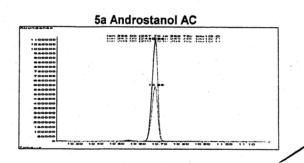
M3 signal

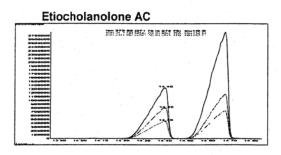
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,082,620	54.6
Etiocholanolone AC	201	27,413,943	35.5
Androsterone AC	218	42,679,798	28.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

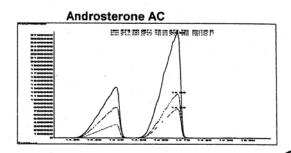
Page 1 of 2

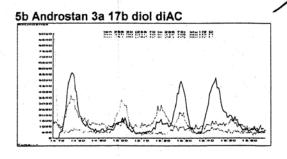
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

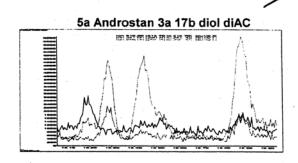
8/4/2006 3:58 PM

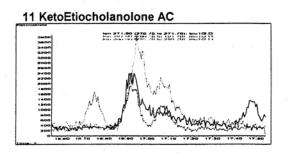


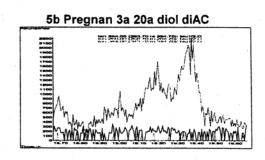








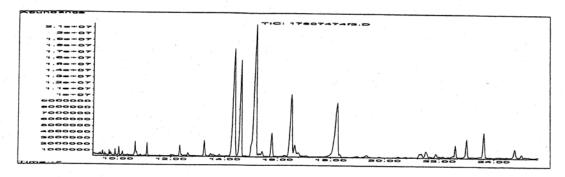




Page 2 of 2

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f2.D

Data File Name 17807474f2.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 16:03
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name 178/07 B995474 F2
Vial Number 7
Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,447,735
Etiocholanolone AC	14.37	1.346	272	56,129,234
Androsterone AC	14.63	1.371	272	66,514,969
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,645,387	105.7
Etiocholanolone AC	257	34,755,167	61.9
Androsterone AC	257	28,337,297	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

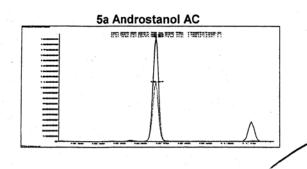
M3 signal

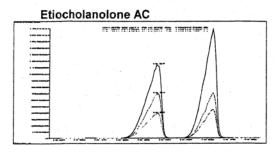
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,986,261	57.6
Etiocholanolone AC	201	20,012,288	35.7
Androsterone AC	218	19,275,305	29.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

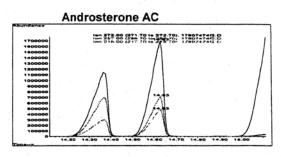
Page 1 of 2

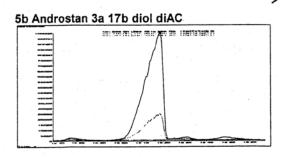
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

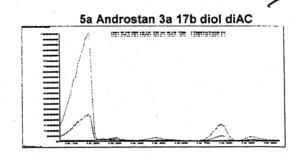
8/4/2006 4:31 PM

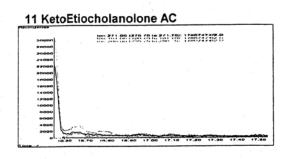


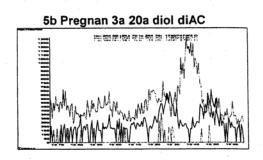












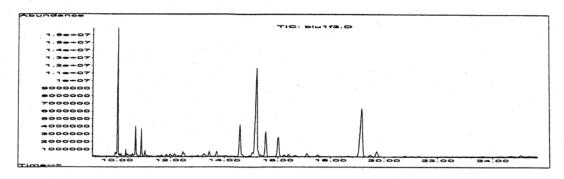
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 4:31 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f3.D

Data File Name blu1f3.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 13:22
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F3
Vial Number 2
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	5,912,258
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.421	256	30,691,343
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.54	1.453	316	9,191,814
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.17	1.793	284	28,874,790

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,184,142	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	28,217,276	91.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,536,180	60.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	16.189.201	56.1

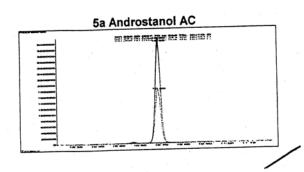
M3 signal

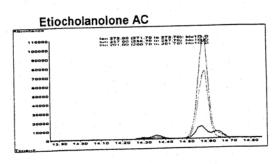
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,235,828	54.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,375,042	76.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,622,981	50.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	8,026,255	27.8

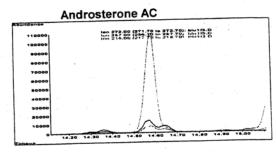
Page 1 of 2

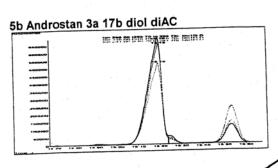
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

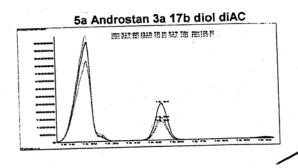
8/4/2006 2:36 PM

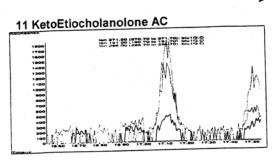


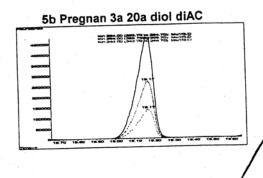












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:36 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f3.D

Data File Name 17807474f3.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

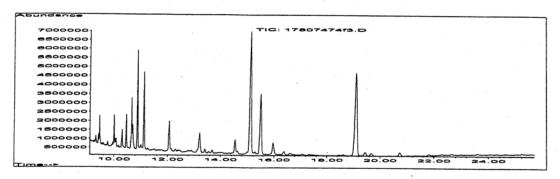
Date Acquired 8/4/2006 13:54

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F3

Vial Number 3

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	4,330,622
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.418	256	15,590,168
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.50	1.452	316	9,733,826
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.791	284	20,380,358

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,507,718	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,182,571	91.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,804,397	59.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11.439.074	56.1

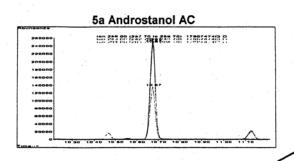
M3 signal

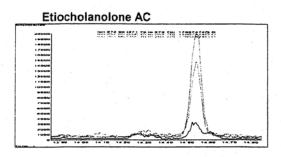
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,391,308	55.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,985,724	76.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,855,730	49.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,570,119	27.3

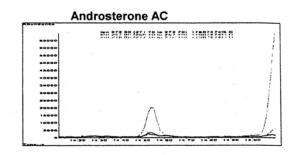
Page 1 of 2

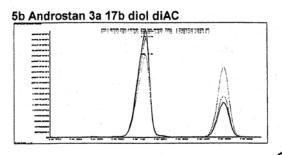
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

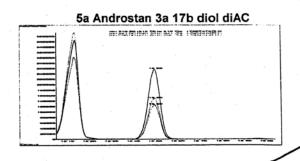
8/4/2006 2:43 PM

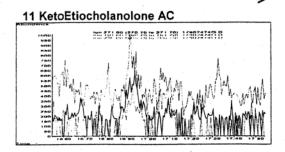


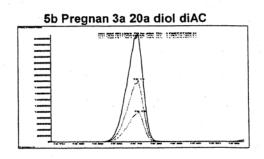












Page 2 of 2

ENREGISTREMENT

Codification:

E-FCR-09

Version: Date: A

31/01/2006

1/3

		CCMIC DOLLD	COMPIDMATION CO/C/IDMS
FIGUE DIANAL VSE / DESILLIAL ANALYSE (HIALRIATIVE	GC/M3 POUR	CONFIRMATION GC/C/IRMS
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE (SOTTON TOTAL OF	0011120 2 0 0 2 2	

Echantillon:		178/07 B	995474				-			
Colérances fixées pa	ar l'AMA (d	ocument : \	VADA Tecl	hnical Doc	ument - TD	2003IDCR)				
Tolérances sur le tr	et le trr : +/-	-1% ou +/-	0,2 min (pre	endre la plu	s faible des	deux)				
Pour les abondance		> 50% 25 <ab< 50<br="">< 25%</ab<>	il est a %		+/- 10% (e +/- 20% (e +/- 5% (en		e variation			
Calcul des abondan	ces en :	·	abulation:			Surface:	Х	-	Hauteur:	
Standard Interne:										
	M	ix	Fracti	on F1	Fract	ion F2	Fractio	on F3		
Tr (min)	10		10.		10	.67	10.0	57		
Fichier	0408M		17807	474fl	17807	474f3	178074	474f3		
	ctérisée : 11 Kétoétiocholan					Fichier:	1	7807474f1		
			Mix				E	chantillon		
	Tr (min)	Тп	Mix M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)	M2 (%)	
	17.09	1.597		M2 (%) 81.9	60.2		E	chantillon	M2 (%)	M3 (%)
Tolérance basse	17.09 16.92	1.597 1.581	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9	60.2 50.2	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance basse Tolérance haute	17.09	1.597	M1 (%)	M2 (%) 81.9	60.2	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9	60.2 50.2 70.2	Tr (min) 17.05	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9	60.2 50.2 70.2	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581 1.613	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9	60.2 50.2 70.2	Tr (min) 17.05	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581 1.613	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui	60.2 50.2 70.2 X	Tr (min) 17.05 non non	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond	1.597 1.581 1.613	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X	Tr (min) 17.05 non non	Тп 1.596	chantillon M1 (%)	78.2	
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond	1.597 1.581 1.613	M1 (%) 100 ves :	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X	Tr (min) 17.05 non non non	Тп 1.596	Chantillon M1 (%) 100 17807474£2	78.2	
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond	1.597 1.581 1.613 ances relati	M1 (%) 100 ves :	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X X X	Tr (min) 17.05 non non non Fichier:	Trr 1.596	Chantillon M1 (%) 100 17807474f2 Echantillon	78.2	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée:	1.597 1.581 1.613 ances relation	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X X X	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 17807474£2	78.2	
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37	1.597 1.581 1.613 ances relation Etion Trr 1.343	M1 (%) 100 ves :	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui e AC	60.2 50.2 70.2 X X X X 38.0	Tr (min) 17.05 non non non Fichier:	Trr 1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac Tolérance basse	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond etérisée : Tr (min) 14.37 14.23	1.597 1.581 1.613 ances relati Etion Trr 1.343 1.330	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X X X	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37	1.597 1.581 1.613 ances relation Etion Trr 1.343	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui 53.0	M3 (%) 38.0 30.4 45.6	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac Tolérance basse	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37 14.23 14.51	1.597 1.581 1.613 ances relati Etion Trr 1.343 1.330	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui 53.0	M3 (%) 38.0 30.4 45.6	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac Tolérance basse Tolérance haute	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37 14.23 14.51	1.597 1.581 1.613 ances relation Etion Trr 1.343 1.330 1.356	M1 (%) 100 ves: cholanolone Mix M1 (%) 100	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui 53.0 73.0	M3 (%) 38.0 30.4 45.6	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min) 14.37	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2

Codification: E-FCR-09 **ENREGISTREMENT** Version: LNDD Date: 31/01/2006 FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS 17807474f2 Androstérone AC Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix Tr (min) Trr M1 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Trr M1 (%) M2 (%) M3 (%) 14.63 1.371 100 42.6 29.0 1.368 100 42.7 30.1 14.63 1.354 34.2 24.1 14.48 Tolérance basse Tolérance haute 14.78 1.382 51.2 36.1 X Concordance des Tr: oui non X Concordance des Trr: oui non X Concordance globale des abondances relatives : oui non 5b Androstane-3a,17b-diol diAC 17807474f3 Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix M3 (%) Tr (min) Trr M1 (%) M2 (%) M3 (%) M1 (%) M2 (%) Tr (min) Тп 15.14 1.418 100 91.0 76.9 15.19 1.420 100 90.8 76.4 1.406 80.8 66.4 Tolérance basse 15.04 15.34 1.434 100.8 86.4 Tolérance haute X Concordance des Tr: oui non Х Concordance des Trr: oui non Concordance globale des abondances relatives : X oui non 17807474f3 5a Androstane-3a,17b-diol diAC Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix M1 (%) M2 (%) M3 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Τπ M1 (%) Tr (min) Тπ 49.9 1.452 100 59.6 15.58 1.457 100 57.8 49.5 15.50 47.8 39.6 Tolérance basse 15.42 1.442 15.74 1.472 67.8 59.4 Tolérance haute X Concordance des Tr: oui non Х Concordance des Trr: oui non X Concordance globale des abondances relatives : oui non 17807474f3 5b Prégnane-3a,20a-diol diAC Substance caractérisée : Fichier: **Echantillon** Mix M1 (%) M2 (%) M3 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Тп M1 (%) Tr (min) Тπ 1.791 100 56.1 27.3 19.12 1.796 100 56.3 28.0 19.21 22.4 Tolérance basse 19.02 1.778 46.3 19.40 1.814 66.3 33.6 Tolérance haute Concordance des Tr: X oui non Concordance des Trr: oui Х non X

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

LNDD		ENREGISTREMENT Codification Version: Date:				A 31/01/2006 3/3				
FICHE D'AN	ALYSE / R	ESULTAT	ANALYS	E QUALI	TATIVE	GC/MS PO	UR CONFI	RMATIO	N GC/C/II	RMS
Substance carac	térisée : [,	Fichier:				
			Mix			Echantillon				
	Tr (min)	Тп	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%
Tolérance basse	-							•		
Tolérance haute			i ja Z Liga alamana a							
Concordance des T	r :			oui		non	<u> </u>	1		
Concordance des T				oui		non				
Concordance globa		ances relati	ves:	oui		non		1		
					1			0		7
Substance carac		Fichier :				0				
,		Mix				Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
			100					100	<u> </u>	
Tolérance basse						1				
Tolérance haute			Emmander was a series	L		1				
Concordance des T	r:			oui		non		1		
Concordance des T				oui		non]		
Concordance globa		ances relati	ves:	oui		non]		
							,			
							,			
					1					
Paraphe et code ope	erateur :		Det							
					1					
Partie à remplir par	le responsab	ole :								
Caractérisation form	nelle de tous	les analyte	s:	oui	×	non]		
					•					
Paraphe et code ope	érateur :		49	Mary	,					
Observations:										

USADA 0325

	_
1 1	
1.10	1 11
	-

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006 1/1

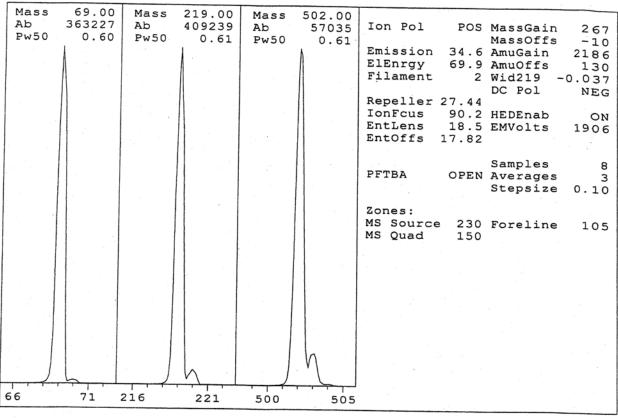
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

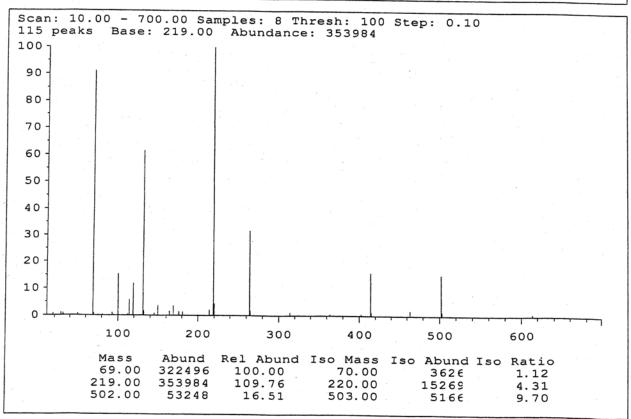
	Numéro d'identification de l'appareil: HSO22
	Date: 04108106
	1 - Source d'ionisation
	MSD Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3% Repeller < 35
	Polaris Ion time > 2 ms
	Observations:
. 2	2 - Etanchéïté du système
The state of the s	MSD 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10% Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18
C	Observations:
<u>3</u>	- Sensibilité
	Conf TP conforme — Fichier:
	TP conforme – Fichier :
	TP conforme – Fichier: TP conforme – Fichier:
O	bservations:
Co	ode opérateur et paraphe : 200f

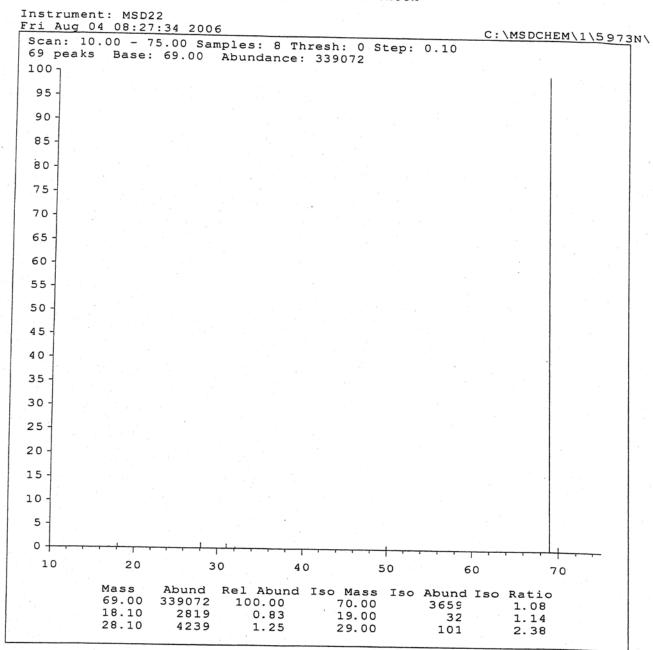
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Fri Aug 04 08:23:16 2006 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22







Current Params used: ATUNE.U

Relat	cive ab	undances	:
	18/69	= 0.83	Water%
	28/69	= 1.25	Nitrogen%
	32/69	= 0.43	Oxygen%
	44/69		Carbon Dioxide%
	28/18	= 150.3	Nitrogen/Water%

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN -41

Version: B

Date :28/10/2005

1/2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

COLONNE

Type:

Longueur:

Diamètre interne:

Epaisseur du film:

DB17-MS JW Scien 122.4732

30m

0.25mm 0.25μm

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

INJECTION

Mode:

Température injecteur:

Volume injecté:

Solvants de rinçage ALS:

Splitless (insert splitless)

280°C

1μl-4μl

Solvant A: Acétonitrile

Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

2 8 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale: Gradient de température:

Gradient de température:

Température finale: Temps d'analyse:

Pression constante:

70°C pendant 1 min

70->271°C à 30°C/min

271°C->281°C à 0.6°C/min

281°C pendant 3 min 281->300°C à 5°C/min

300°C pendant 5 min

45 min

Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à eau:

Ligne de transfert:

Four à combustion:

-100°C

350°C

850°C

SPECIMEN

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:

Programmation de l'acquisition:

ions 44, 45 et 46

Temps d'acquigition total:2580s

à 100s RG open

à 130s RG close

à 160s RG open

à 190s RG close

à 220s RG open

à 250s RG close

à 750s HS close

à 2000s HS open

à 2400s RG open

à 2430s RG close

24503 RG 01030

à 2460s RG open

à 2490s RG close

à 2510s RG open

à 2540s RG close

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN -41

Version : **B**Date :28/10/2005

2/2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

Axsform	. Karajini kaninaniek	Dust.	Little Control of the
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	Magazar
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	Ber .
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	Course
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	Oleur

No Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A		14/10/2002
	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création	
	de la version A	
В	Révision biennale	28/10/2005

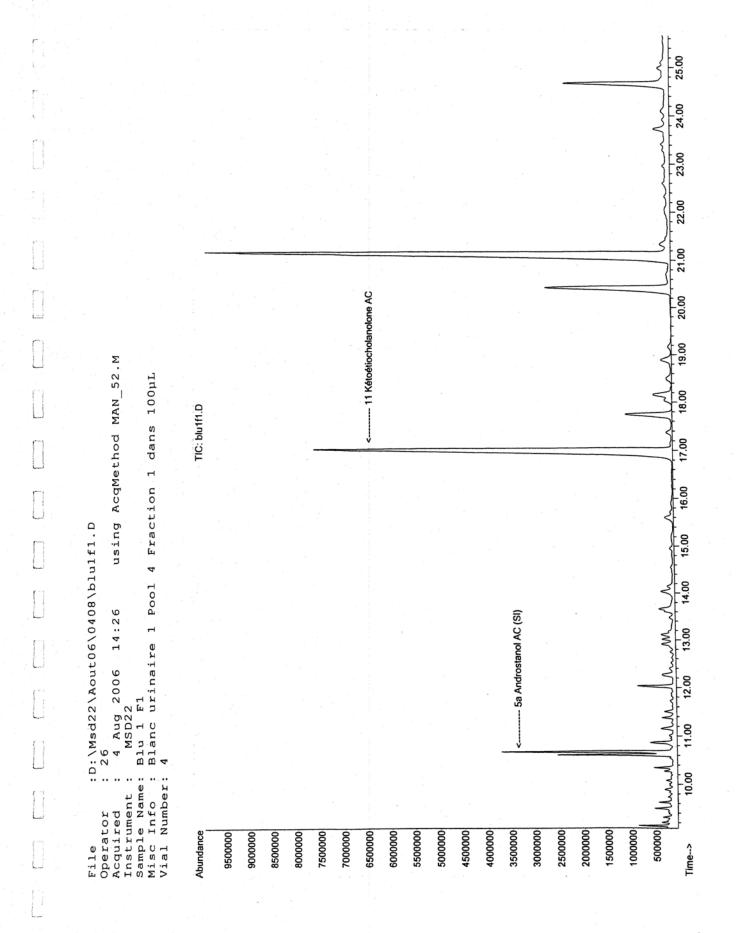
LPS - SO TO SECURIORS

SPECIMEN

Batch Data Processing Results

```
Data File Name
                                    : 040806
Autorun Setup File Name : 040806
 Blank Subtraction : Disabled
 Background Subtraction : Disabled
 Reference Gas : Enabled
Ref Gas Delta (C13) : -34.50
Ref Gas Delta (O18) : -19.30
Current Time : 22:17:03
Current Date : 04/08/06
   Reference Gas
```

```
Sample Details Elemental Isotopic
  No. Name
                                       Weight Ref % Comp Delta
(mg) Type (C) (Cl3) (O18)
    1 Stabilite 1
                                       0.000 Sam
   2 Stabilite 2
                                         0.000 Sam
   3 Stabilite 3
                                        0.000 Sam
   4 Stabilite 4
                                       0.000 Sam
0.000 Sam
   5 Stabilite 5
   6 Mix Cal IRMS 003-1
                                        0.000 Sam
0.000 Sam
                                                       -31.30 -40.0
-31.68 -40.0
-31.42 -39.3
   7 Mix Cal IRMS 003-2
   8 Mix Cal IRMS 003-3
                                      0.000 Sam
  9 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                               0.000 Sam -31
  10 Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL
  11 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL
12 Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL
                                                   0.000 Sam
0.000 Sam
0.000 Sam
                                                                        - 3
 13 178/07 $95474 F1/150uL inj 2uL
                                                                         - 3
  14 Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
                                                      0.000 Sam
 15 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
                                                      0.000 Sam
 16 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                    0.000 Sam
        Sample Details
 No. Name
                                 Weight Ref Atom % Atom % XS (mg) Type (C13) (C13)
        1 Stabilite 1
                                       0.000 Sam
  2 Stabilite 2
                                       0.000 Sam
  3 Stabilite 3
4 Stabilite 4
                                       0.000 Sam
                                       0.000 Sam
 5 Stabilite 5
                                       0.000 Sam
  6 Mix Cal IRMS 003-1
                                       0.000 Sam 1.07683 -0.0344
0.000 Sam 1.07641 -0.0348
 7 Mix Cal IRMS 003-2
 8 Mix Cal IRMS 003-3
                                        0.000 Sam 1.07670 -0.0345
  9 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                0.000 Sam 1.08114 -
 10 Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL
                                               0.000 Sam 1.07712 -0.
0.000 Sam 1.07560 -0
0.000 Sam 1.07649 -0
 11 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL
 12 Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL
 13 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL
                                                   0.000 Sam 1.07751 -
14 Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
                                                   0.000 Sam 1.07826 - 0.000 Sam 1.07131 -
15 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
 16 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                   0.000 Sam
                                                                   1.08271 -
```



DF Optima GC 1.67-2 - Manual DP File <u>View Calculate Report Parameters</u> Edit Status Help Data Filename: DATA_012 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 18:33:24 Comment: Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL: **Parameters** Automatic DP Params ≥ Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E.94 6.00E-9 Amps 4.00E-9 o-25.95 o-24.56 2.00E-94 -30.45 0.00E+0 Major 200 400 600 800 1200 Secs 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400

THERE WAS NO PAGE 105 IN THE ORIGINAL DOCUMENTATION PACKAGE.

THIS PAGE IS INTENTIONALLY LEFT BLANK

```
: DATA 012
 Data File Name
               : 040806
Folder
                : Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL
 Sample Name
 Sample ID
 Sample Position : 5
                 : 0.0000
 Injection Size
                 : Sam
 Sample Type
                  : M-AN-41
 Method
Batch Name
                : micromass
 RunTime User
 Acquisition Time : 18:33:24 Date : 04/08/06
Current Time : 19:18:07 Date : 04/08/06
```

```
Analysis of Reference Gas Data
                    -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Ref Delta 13 =
                                          Ratio 3/1
                            Ratio 2/1
                Major
   Time
                                          4.2515E-3
                            1.1773E-2
              8.532E-8
   122.6
                                          4.2517E-3
                            1.1773E-2
              8.541E-8
   182.6
                                          4.2515E-3
                            1.1773E-2
              8.493E-8
   242.6
                                          4.2516E-3
                            1.1773E-2
2423.5
              8.481E-8
                            1.1773E-2
                                          4.2516E-3
              8.479E-8
2483.5
                                          4.2520E-3
                            1.1773E-2
              8.517E-8
  2533.5
                                             1.7907E-7
                           1.3906E-7
 Std Dev Of Fit
```

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk d	1018
	0 0 0 0 0	2 04505-8	1 1879E-2	4.1841E-3 4.1636E-3 4.1725E-3	-24.30	-02.12	-34.89 -39.64 -37.61	20

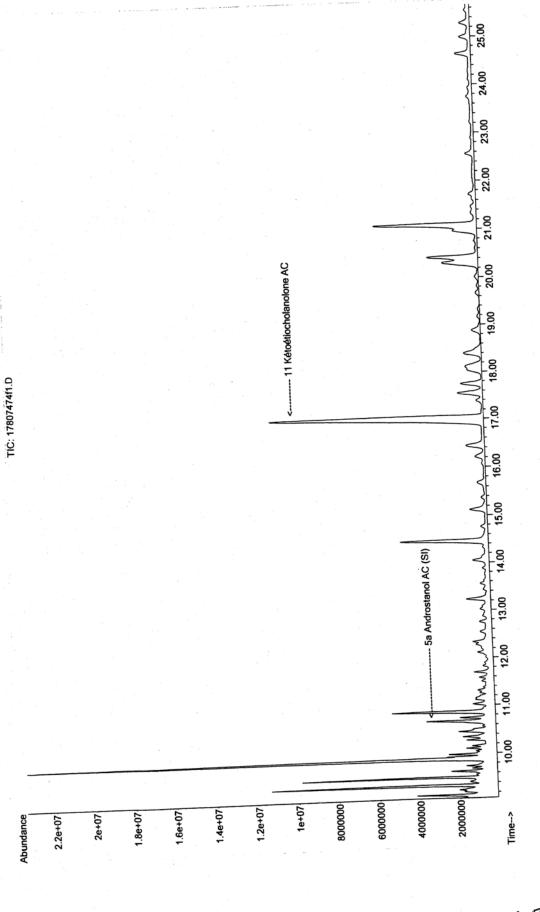
using AcqMethod MAN_52.M

4 Aug 2006 14:59 using AcqMethoomSD22 178/07 B995474 F1 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL

Sample Name: Misc Info : Vial Number: Instrument Operator Acquired

:D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f1.D : 26

File

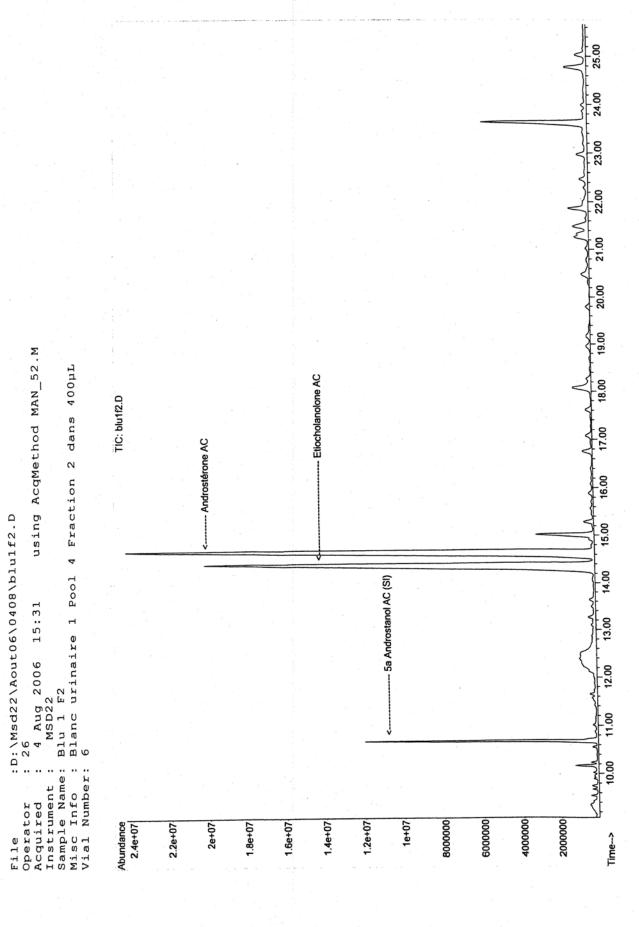


Optima GC 1.67-2 - Manual DP Calculate Report Parameters Status File Edit View Help Data Filename: DATA_013 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 19:18:09 Comment: 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL Automatic DP Params Parameters Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₇ 8.008.9 6.00E-9o-33.64 4.00E-9-_ை31.08 -24.75 2.00E-9-Major 0.00E+0 1200 Secs 200 400 600 1000 1400 800 1600 1800 2000 2200 2400

```
: DATA 013
 Data File Name
                  : 040806
 Folder
                  : 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL
Sample Name
Sample ID
 Sample Position
                 : 6
                  : 0.0000
Injection Size
                  : Sam
 Sample Type
                   : M-AN-41
 Method
 Batch Name
                 : micromass
 RunTime User
Acquisition Time : 19:18:09 Date : 04/08/06
                   : 08:07:48 Date : 05/08/06
  Current Time
                 Analysis of Reference Gas Data
                                               -19.30
                      -34.50 Ref Delta 18 =
   Ref Delta 13 =
                                           Ratio 3/1
                             Ratio 2/1
                 Major
    Time
                                           4.2514E-3
                             1.1774E-2
               8.496E-8
    122.6
                                           4.2514E-3
                             1.1773E-2
               8.501E-8
    182.6
                                           4.2517E-3
                             1.1773E-2
               8.541E-8
    242.7
                                            4.2521E-3
                             1.1775E-2
               8.495E-8
   2423.5
                                            4.2522E-3
                             1.1775E-2
               8.456E-8
                                            4.2528E-3
   2483.5
                             1.1775E-2
               8.598E-8
    2533.5
                                               2.8218E-7
                             3.6976E-7
 L Std Dev Of Fit
       Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
```

CO2		7.203	2/1	3/1	dC13Pk dC13Bkd	dO18Pk	d018
Time						-37.95	63
777.1 870.2	4.35E-9 2.90E-9	2.3077E-8	3 1.1776E-2 3 1.1809E-2	4.2083E-3 4.1846E-3		-29.33 -34.88	
1490.1	2.72E-9	2.8456E-0					

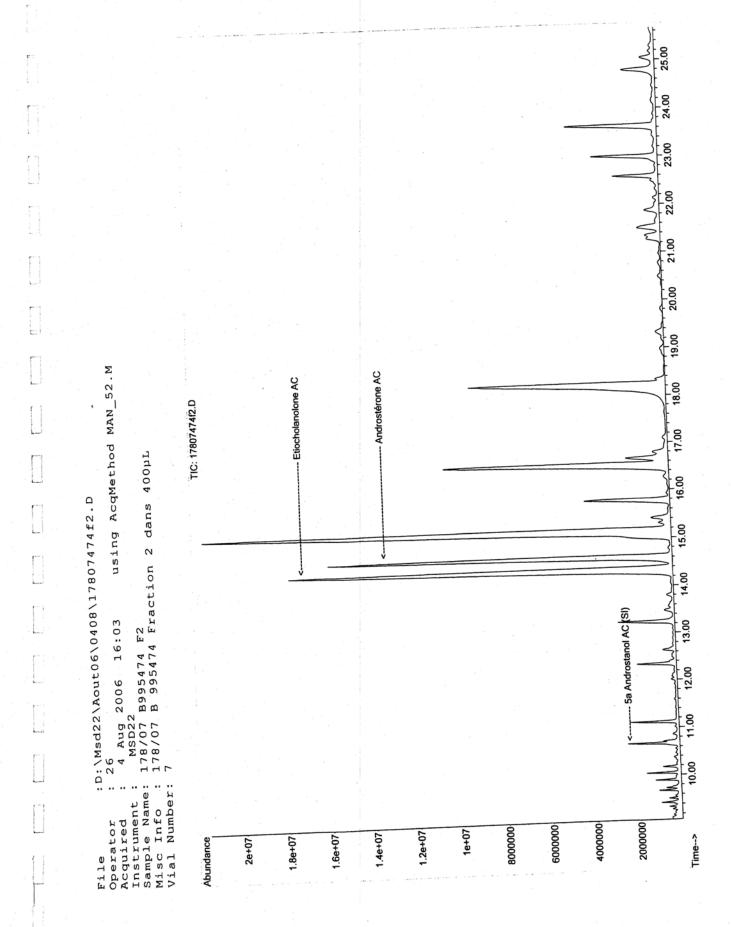
MORNO CONTRACTOR DE CONTRACTOR CONTRACTOR DE CONTRACTOR DE



Optima GC 1.67-2 - Manual DP Help Calculate Report <u>Parameters</u> Status <u>File</u> <u>E</u>dit View Folder : 040806 Filename: DATA_014 Data Time : 20:02:53 Date : 04/08/06 Comment: Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL Automatic DP Params Parameters ■ Data Processing Main Graph **Window** Graph Cursor Lines 1.00E-8₇ 8.00E-9-6.00E-9 4.00E-9--24.63 25.54 o-30.47 2.00E 9 Major 0.00E+0 2000 2200 2400 1200 Secs 1800 1000 1400 1500 800 600 400 200

```
Data File Name : DATA_014
            : 040806
: Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
 Folder
 Sample Name
 Sample ID
               :
 Sample Position : 7
 Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method
               : M-AN-41
 Batch Name
Batch Name :
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 20:02:53 Date : 04/08/06
Current Time : 08:18:20 Date : 05/08/06
             Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
            Major
                        Ratio 2/1
                                   Ratio 3/1
 122.6
          8.496E-8
                       1.1776E-2 4.2531E-3
182.6
          8.503E-8
                      1.1776E-2 4.2531E-3
         8.494E-8
  242.6
                      1.1776E-2 4.2528E-3
        8.442E-8
8.385E-8
2423.5
                       1.1774E-2 4.2519E-3
2483.5
                     1.1774E-2
                                   4.2515E-3
2533.5
          8.462E-8
                       1.1773E-2
                                     4.2518E-3
td Dev Of Fit
                       3.6403E-7
                                       1.7354E-7
    Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
Time Height Area 2/1
                                    3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
 869.0 2.38E-9 1.2861E-8 1.1814E-2 4.1675E-3 -30.47 -71.51 -38.95
1241.0 3.05E-9 2.4953E-8 1.1870E-2 4.1678E-3 -25.54 -68.90 -38.86

267.5 3.48E-9 2.7395E-8 1.1880E-2 4.1669E-3 -24.63 -68.70 -39.06
                                                                    27
```



Optima GC 1.67-2 - Manual DP View Calculate Report Parameters File Edit Status Help Folder : 040806 Data Filename: DATA_015 Date : 04/08/06 Time : 20:47:38 Comment: 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL Parameters Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₇ 8.00E-9-6.00E-9-4.00E-9--30.00 27.93 2.00E-9-Major 0.00E+0 1000 1200 Secs 200 400 600 800 1400 1600 1800 2000 2200 2400

```
: DATA 015
 Data File Name
                : 040806
Folder
                : 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
 Sample Name
 Sample ID
Sample Position : 8
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
                : M-AN-41
 Method
 Batch Name
               : micromass
RunTime User
 Acquisition Time : 20:47:38 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:03:23 Date : 05/08/06
              Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
                                       Ratio 3/1
                          Ratio 2/1
              Major
   Time
```

8.556E-8

8.604E-8

8.602E-8

8.506E-8

8.602E-8

8.522E-8 8.602E-8

122.6

182.5

242.5

2423.4

2483.5

2533.5

4.9662E-7 5.2841E-7 Std Dev Of Fit

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

1.1774E-2

1.1775E-2

1.1775E-2

1.1773E-2

1.1773E-2

1.1773E-2

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk	1018
870.1 1241.1	3.47E-9 4.00E-9	1.6473E-8 3.2334E-8	1.1818E-2 1.1856E-2 1.1841E-2 1.1791E-2	4 1682E-3	-27.93	-60.71	-38.79	21 21 21 20

4.2526E-3

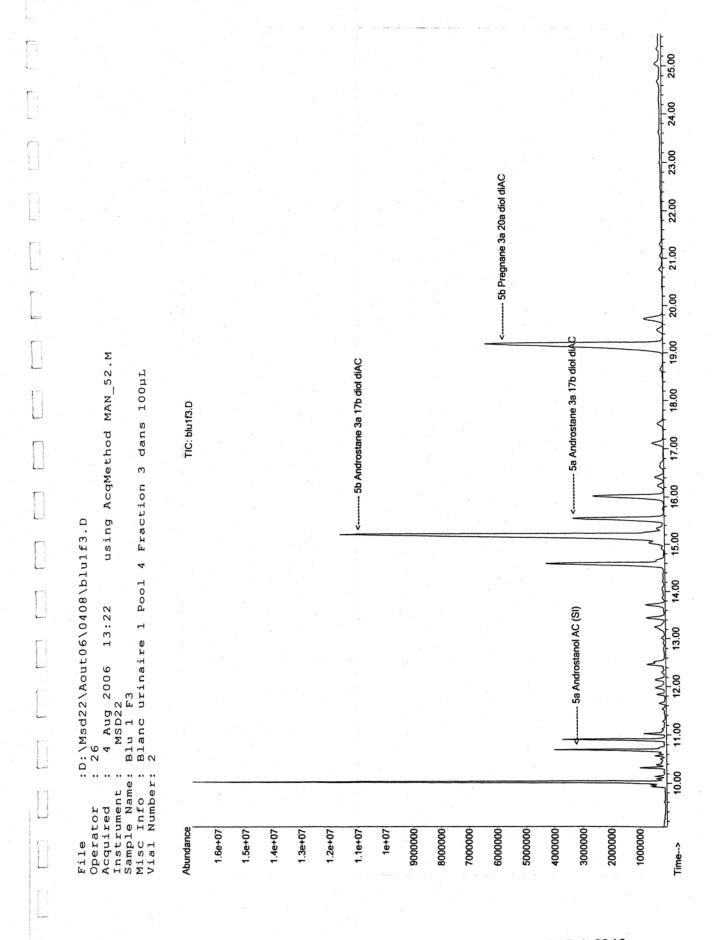
4.2533E-3

4.2537E-3

4.2517E-3

4.2517E-3

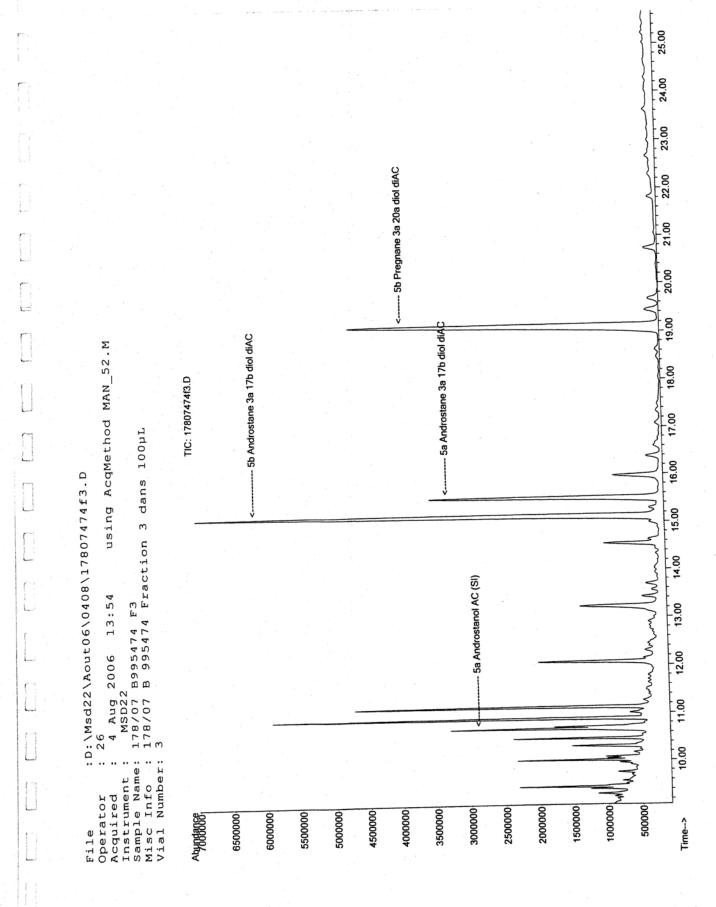
4.2523E-3



Ur Optima GC 1.67-2 - Manual DP <u>Calculate</u> <u>Report</u> <u>Parameters</u> Help Status <u>E</u>dit View <u>File</u> Folder : 040806 Filename : DATA_010 Data Time : 17:03:53 Date : 04/08/06 Comment: Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL: Automatic DP Params Parameters Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E9 .-27.54 6.00E-9--31.54 4.00E-9-_Ф-26.55 27.91 -26.01 2.00E-9-Major 0.00E+0 2200 2400 1200 Secs 2000 1400 1600 003h 1000 800 600 200 400

Data Processing Results Data File Name : DATA 010 Folder : $0408\overline{0}6$ Sample Name : Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL Sample ID Sample Position : 3 Injection Size : 0.0000 Sample Type : Sam Method : M-AN-41 Batch Name RunTime User : micromass Acquisition Time : 17:03:53 Date : 04/08/06 Current Time : 07:47:30 Date : 05/08/06 Analysis of Reference Gas Data Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1 122.6 182.6 1.1774E-2 1.1773E-2 8.545E-8 4.2514E-3 4.2513E-3 8.537E-8 1.1773E-2 242.7 8.497E-8 4.2507E-3 1.1772E-2 1.1772E-2 1.1772E-2 2423.5 8.468E-8 4.2505E-3 2483.5 8.400E-8 8.400E-8 8.435E-8 4.2507E-3 2533.5 4.2508E-3 Std Dev Of Fit 3.7547E-7 2.7523E-7 Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

```
CO2
Time Height Area
                                         3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  ______
799.0 1.36E-8 5.8132E-8 1.1877E-2 4.1762E-3 -24.77 -67.24 -36.59 17
872.4 5.30E-9 2.2912E-8 1.1801E-2 4.1836E-3 -31.54 -66.95 -34.88 17
881.1 2.34E-9 1.2956E-8 1.1867E-2 4.2171E-3 -26.01 -66.81 1260.3 2.49E-9 2.2592E-8 1.1843E-2 4.1987E-3 -27.91 -65.40
                                                                   -27.15
                                                                            17
                                                                   -31.37
                                                                            19
1323.0 7.04E-9 6.5008E-8 1.1845E-2 4.1705E-3 -27.54 -65.35
                                                                   -37.87
                                                                            20
1353.8 1.98E-9 1.6534E-8 1.1838E-2 4.1904E-3 -28.31 -65.37
                                                                   -33.27
                                                                            20
1394.3 1.68E-9 1.5157E-8 1.1844E-2 4.1913E-3 -27.76 -65.37
                                                                           20
                                                                   -33.08
1674.1 3.26E-9 3.5570E-8 1.1856E-2 4.1632E-3 -26.55 -65.86
                                                                   -39.55
                                                                            22
```



View Calculate Report Parameters Status <u>H</u>elp <u>File</u> <u>E</u>dit Folder : 040806 Filename: DATA_011 Data Time : 17:48:39 Date : 04/08/06 Comment: 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL: Automatic DP Params Parameters Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E-9-6.00E-9o-28.79 _స-320.04 4.00E-9 33.15 ₋⊕-26.16 _∲ -31.88 2.00E9 Major 0.00E+0 1800 2000 2200 1200 Se⊗ 1600 1000 1400 600 800 200 400

Optima GC 1.67-2 - Manual DP

```
Data File Name : DATA 011
Folder
         : 040806
Sample Name : 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL Sample ID :
 Sample Position : 4
 Injection Size : 0.0000
Sample Type
             : Sam
 Method
                : M-AN-41
 Batch Name
 RunTime User : micromass
Acquisition Time : 17:48:39 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:54:31 Date : 05/08/06
             Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
             Major
                        Ratio 2/1
                                     Ratio 3/1
  122.7
                      1.1772E-2
1.1771E-2
1.1771E-2
            8.465E-8
                                    4.2501E-3
182.7
            8.465E-8
                                   4.2504E-3
  242.7
            8.459E-8
                                    4.2502E-3
2423.5
            8.450E-8
                        1.1772E-2 4.2501E-3
 2483.6
          8.436E-8
                        1.1772E-2
                                    4.2501E-3
 2533.5
           8.541E-8
                        1.1772E-2
                                    4.2506E-3
Std Dev Of Fit
                       3.1407E-7
                                        2.2560E-7
    Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
  Time Height Area
                                     3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  797.1 1.84E-9 1.7724E-8 1.1857E-2 4.2650E-3 -27.16 -59.49 -15.91 8
 839.1 1.63E-9 9.1742E-9 1.1778E-2 4.2295E-3 -33.77 -59.43 -24.09
871.9 4.08E-9 1.7193E-8 1.1816E-2 4.1820E-3 -30.11 -59.39 -35.07
 880.6 4.07E-9 2.2454E-8 1.1841E-2 4.1969E-3 -28.04 -59.16 -31.63
                                                                      9
  909.0 3.27E-9 2.5928E-8 1.1785E-2 4.2250E-3 -33.15 -58.98
                                                             -25.14
                                                                      9
L318.2 4.22E-9 3.9586E-8 1.1830E-2 4.1764E-3 -28.79 -57.10
                                                             -36.38
1352.4 2.33E-9 2.1502E-8 1.1796E-2 4.1861E-3 -31.88 -56.94
                                                                     12
                                                             -34.13
 1671.2 2.57E-9 2.9485E-8 1.1859E-2 4.1584E-3 -26.16 -55.38
                                                                     12
                                                             -40.52
                                                                     14
```

ENREGISTREMENT

Codification: E-FCR-06

Version: E Date: 24/11/05

Page: 1/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

Echantillon:

178/07 B995474

Instrument:

GC/C/IRMS Isoprime 1

Répertoire:

040806

CO et paraphe:

260

Valeur isotopique du réactif de dérivation:

-53

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

· г		Blanc urinaire	E	chantillon
· •	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	data_012	data_012	data_013	data_013
tr (s)	870	1490	870	1490
		1.713	-	1.712
trr Intensité (nA)	2.0	2.9	2.9	2.7
		-24.56	-31.08	-24.75
	-50.45		-	-21.78
δ ¹³ C ‰ mesurée δ ¹³ C ‰ corrigée	-30.45	-21.57	-51.00	

Fraction F2 (Kétos)

		Blanc urinaire		Echantillon		
***	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Many de Cabina	data 014	data_014	data 014	data_015	data_015	data_015
Nom du fichier	869	1241	1268	870	1241	1267
tr (s)	809	1.428	1.459	-	1.426	1.456
trr	24	3.1	3.5	3.5	4.0	2.9
Intensité (nA)	2.4	-25.54	-24.63	-30.00	-26.58	-27.93
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.47	-23.54	-21.64	-	-23.80	-25.29
δ ¹³ C ‰ corrigée	, -	-22.63	-21.04			

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire						
· · ·	SI	SI 5β Adiol 5α Adiol		5β Pdiol			
Nom du fichier	data 010	data 010	data_010	data_010			
tr (s)	872	1323	1354	1674			
		1.517	1.552	1.919			
trr	5.3	7.0	2.0	3.3			
Intensité (nA)	-31.54	-27.54	-28.31	-26.55			
δ ¹³ C ‰ mesurée	-31.54	-22.18	-23.11	-21.51			
δ ¹³ C ‰ corrigée	-	-22.10	25.11				

, L	Echantillon					
	SI	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol		
Nom du fichier	data 011	data_011	data_011	data_011		
tr (s)	872	1318	1352	1671		
trr		1.512	1.551	1.917		
Intensité (nA)	4.1	4.2	2.3	2.6		
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.11	-28.79	-31.88	-26.16		
δ ¹³ C ‰ corrigée	-	-23.69	-27.43	-21.05		

ENREGISTREMENT

Codification: E-FCR-06

Version: E

Date: 24/11/05

Page: 2/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

	valeur de référence d'u	Echantillon dans les normes		
	δ ¹³ C ‰ haute	δ ¹³ C ‰ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	d	
Etio	-19.56	-26.10	×	
Andro	-18.43	-25.02		- α
5β Adiol	-18.55	-26.97	×.	
5α Adiol	-18.59	-27.40	/	~
5β Pdiol	-18.25	-25.55	ο.	

	Blu	Echantillon			
·	Δ‰	Δ % + 0,8%	Δ ‰	Δ‰ - 0,8‰	
Etio - 11 Kétoétio	-1.08	-1.22	-2.02	-2.82	
Andro - 11 Kétoétio	-0.08	-2.71	-3.51	-4.31	
5β Adiol - 5β Pdiol	-0.67	-1.85	-2.65	-3.45	
5α Adiol - 5β Pdiol	-1.60	-5.59	-6.39	-7.19	

Seuil de positivité de l'AMA: δ^{13} C‰(métabolite) - δ^{13} C‰(composé endogène de référence) > 3‰ δ^{13} C du composé < -28‰

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8%

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.51‰ et -6.39‰ respectivement pour les métabolites androstérone et 5α androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable: Observations:



USADA 0352

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-10

Version: C

Date: 09/05/2006 1/2

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS

		cation de l'apparei	ii səxiune	
II	istruction de conf	irmation :	Iconf.31	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •
1. Tune				
Spécification : pl	ateau du peack Cer	ntre ≥ 10 V		
Tune conforme:	ou	i 🟑 n	on	
2. Stabilité de l'in	strument			:
Spécification: éca	rt mesuré entre va	leur maximale et va	leur minimale du	ratio 2/1 < 0.59
Stabilité conforme 3. Précision de l'in		n.	on	
Code de la solutio	n Mix Cal IRMS	<u> </u>	*******	
	(0/)	ections:		
Valeurs obtenues				
Valeurs obtenues	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécar
Valeurs obtenues Moyenne		Undécane	Dodécane	
Valeurs obtenues	Décane			Méthyldécar -31.37

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-10

Version: C

Date: 09/05/2006

2/2

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS

4. Calibration	de l	'instr	ument
----------------	------	--------	-------

Valeurs obtenues (%):

5a Androstanol AC Etiocholano		Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Pos. elek	- 30 m	- R.98	- 33.71	- 16 ity
dole-o16	-30.25	- 19.95	- 33.63	-16.67

Intervalle de valeurs acceptables:

5a Androstanol AC Etioch		Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Décultate	conformes	•
Resultats	COMMONMES	

oui	Z	

non

Résultats : CONFORME / NON CONFORME

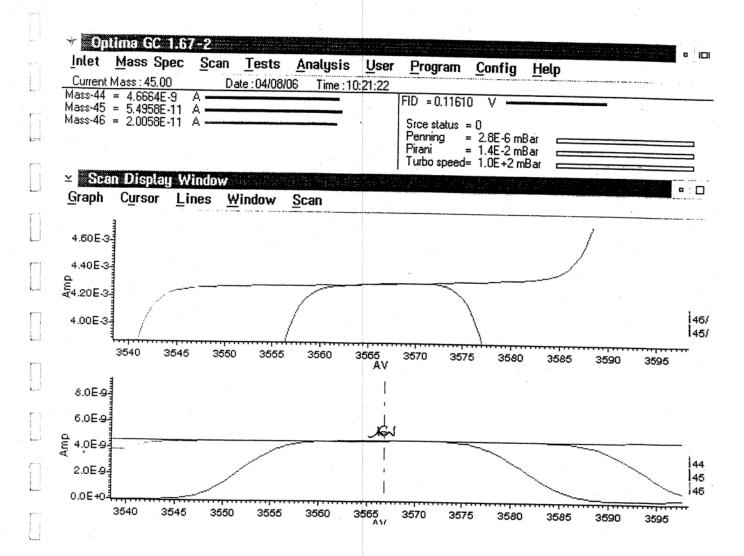
Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

Ор	érateur	Responsable		
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa	
41816	280	20180120	49 Along	

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.



```
Data File Name : DATA_005
   Folder : 040806
Sample Name : Stabilite 5
Sample ID :
     Sample Position : 1
 Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : CO2-STAB
Batch Name : 040806
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 11:08:45 Date : 04/08/06
Current Time : 11:19:48 Date : 04/08/06
                            Analysis of Reference Gas Data
     Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
    Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1 42.5 8.495E-8 1.1779E-2 4.2534E-3 102.5 8.499E-8 1.1779E-2 4.2535E-3 162.6 8.506E-8 1.1779E-2 4.2539E-3 222.6 8.502E-8 1.1779E-2 4.2538E-3 282.6 8.494E-8 1.1779E-2 4.2542E-3 342.6 8.489E-8 1.1779E-2 4.2543E-3 402.6 8.451E-8 1.1779E-2 4.2542E-3 462.7 8.487E-8 1.1779E-2 4.2543E-3 522.7 8.458E-8 1.1779E-2 4.2540E-3 582.7 8.439E-8 1.1779E-2 4.2538E-3
   Std Dev Of Fit 1.7272E-7
                                                                             2.7766E-7
           Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction
 CO2
               Height
                                Area
                                               2/1 3/1
                                                                                    dC13Pk dO18Pk
```

```
Data File Name : DATA 006
 Folder : 040806
Sample Name : Mix Cal IRMS 003-1
Sample ID :
 Folder
 Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-3
Method
Method : M-AN-38
Batch Name : 040806
RunTime User : micromass
                   : M-AN-38
Acquisition Time : 11:30:41 Date : 04/08/06
Current Time : 11:46:25 Date : 04/08/06
                Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1 42.6 8.498E-8 1.1778E-2 4.2537E-3 102.6 8.503E-8 1.1778E-2 4.2534E-3 742.8 8.421E-8 1.177E-2 4.2519E-3
  Time
  802.9 8.412E-8
                             1.1776E-2 4.2519E-3
                 1.2485E-7 1.0555E-7
Std Dev Of Fit
     Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction
CO2
  Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk dO18Pk
 -----
  191.6 5.57E-9 1.4452E-8 1.1796E-2 4.1786E-3 -32.30 -36.54
259.1 4.36E-9 1.2956E-8 1.1848E-2 4.1803E-3 -27.78 -36.13
350.9 4.90E-9 1.4134E-8 1.1801E-2 4.1745E-3 -31.79 -37.39
 538.2 5.18E-9 1.4106E-8 1.1805E-2 4.1624E-3 -31.30 -40.09
```

Data File Name : DATA 007 Folder : 040806

Sample Name : Mix Cal IRMS 003-2

Sample ID

Sample Position : 1

Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-38
Batch Name : 040806
RunTime User : micromass

Acquisition Time : 11:46:27 Date : 04/08/06 Current Time : 12:06:32 Date : 04/08/06

Analysis of Reference Gas Data Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.5	8.470E-8	1.1776E-2	4.2527E-3
102.6	8.526E-8	1.1777E-2	4.2529E-3
742.8	8.343E-8	1.1777E-2	4.2518E-3
802.8	8.391E-8	1.1776E-2	4.2516E-3

Std Dev Of Fit

4.2211E-7

1.2081E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2						
Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	d018Pk
349.8	2.88E-9 3.23E-9	7.8902E-9 8.7038E-9	1.1844E-2	4.1702E-3 4.1722E-3 4.1711E-3 4.1643E-3	-27.99	-38.33 -37.85 -38.05 -39.56

```
Data File Name
                 : DATA_008
Folder
                 : 040806
Sample Name
                 : Mix Cal IRMS 003-3
Sample ID
Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type
                 : Sam
Method
                 : M-AN-38
Batch Name
                : 040806
RunTime User
               : micromass
Acquisition Time : 12:02:11 Date : 04/08/06
Current Time
              : 12:21:06 Date : 04/08/06
```

Ref Delta	Analysis of 13 = -34.50	Reference Ref Delta	Gas Data 18 = -19.30
Time 42.5 102.6 742.8 803.1	8.517E-8 8.365E-8	Ratio 2/1 1.1776E-2 1.1776E-2 1.1777E-2 1.1776E-2	Ratio 3/1 4.2524E-3 4.2526E-3 4.2519E-3 4.2520E-3

Std Dev Of Fit

4.2009E-7

1.8134E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2						
Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	d018Pk
191.1	5.45E-9	1 0000				dolapk
257.7 349.8	4.25E-9 4.83E-9	1.1751E-8 1.3084E-8	1.1845E-2 1.1799E-2	4.1690E-3 4.1710E-3 4.1708E-3 4.1655E-3	-27.81	-38.56 -38.09 -38.12 -39.31
Annal .						

```
Data Processing Results
  Data File Name : DATA_009
  Folder : 040806
Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
Sample ID :
  Sample Position : 2
 Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-4
                     : M-AN-41
  Method
 Batch Name
  Batch Name : RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 12:24:14 Date : 04/08/06
  Current Time : 13:45:11 Date : 04/08/06
                  Analysis of Reference Gas Data
   Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1
122.5 8.507E-8 1.1776E-2 4.2528E-3
182.6 8.550E-8 1.1776E-2 4.2528E-3
242.6 8.493E-8 1.1776E-2 4.2530E-3
2423.4 8.422E-8 1.1775E-2 4.2523E-3
2483.5 8.354E-8 1.1775E-2 4.2521E-3
2533.5 8.443E-8 1.1775E-2 4.2521E-3
                                             Ratio 3/1
 2483.5
Std Dev Of Fit 9.2732E-8 1.7392E-7
       Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
 CO2
 Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  870.6 4.30E-9 2.0644E-8 1.1815E-2 4.1628E-3 -30.40 -76.48 -40.04 32
 1241.8 4.36E-9 3.5212E-8 1.1934E-2 4.1653E-3 -19.98 -74.28 -39.45 31 1316.7 3.35E-9 2.6894E-8 1.1777E-2 4.1662E-3 -33.71 -74.11 -39.21 31
  1491.1 2.83E-9 3.1504E-8 1.1971E-2 4.1687E-3 -16.74 -74.00 -38.66
```

Optima GC 1.67-2 - Manual DP File Edit View Calculate Report <u>Parameters</u> Status Help Data Filename: DATA_009 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 12:24:14 Comment: Mix Cal Acetate 001A-100ng inj **Parameters** Automatic DP Params <u>G</u>raph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E-9-6.00E-94 -30.40 -19.98 4.00E-9 -33,71 ⊕-16.74 2.00E-9-0.00E+0 Major 200 400 600 800 1000 1200 Se⊗ 1400 1600 1800 2000 2200 2400

```
Data File Name : DATA_016
  Folder
           : 040806
  Sample Name
                : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
  Sample ID
  Sample Position : 9
  Injection Size : 0.0000
  Sample Type : Sam
  Method
               : M-AN-41
 Batch Name
 Batch Name :
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 21:32:21 Date : 04/08/06
 Current Time : 07:33:19 Date : 05/08/06
             Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
             Major
                       Ratio 2/1
  122.5
                                   Ratio 3/1
          8.534E-8
                     1.1775E-2
  182.6
          8.513E-8
                                   4.2534E-3
                      1.1775E-2
  242.6
                                   4.2533E-3
          8.502E-8
                     1.1774E-2
1.1774E-2
 2423.4
          8.433E-8
                                   4.2532E-3
 2483.4
                                  4.2522E-3
          8.404E-8
                      1.1774E-2
 2533.5
           8.484E-8
                                   4.2518E-3
                      1.1773E-2
                                   4.2521E-3
Std Dev Of Fit
                     4.6118E-7
                                     1.1639E-7
    Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
Time Height Area 2/1
dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
```

Optima GC 1.67-2 - Manual DP File <u>E</u>dit View Calculate Report Parameters | Status Help Data Filename: DATA_016 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 21:32:21 Comment : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj Parameters Automatic DP Params □ Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E-9-6.00E.94 _⊕-30.25 4.00E-93 -33.63 -3-16.68 2.00E-9-0.00E+0 Major 200 400 600 800 1200 Secs 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400

giografia C'embilità conte con auntaile sus



28541

Châtenay-Malabry, le 05 août 2006



PORTÉE

COMMUNIQUÉE SUR DEMANDE

RAPPORT DE CONTRE ANALYSE

Demandes de contre-analyse de l'UCI et de l'USADA du 31 juillet 2006 suite au rapport d'analyse n°178/07-1

Prélèvements du Dr. BORDABERRY

Organisme:

Cyclisme (UCI)

Épreuve et lieu:

TDF 2006: 17^{ème} étape à MORZINE

Date:

20/07/2006

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date:

20/07/2006

Type de matériel :

Berlinger

Nombre d'échantillon(s):

1 (sur 3 échantillons reçus)

Référence de(s) l'échantillon(s): 178/07_995474 B

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA / Réglementation nationale - contrôle en Compétition)

Date de début des analyses :

03/08/2006

Méthodes utilisées: Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS (EC24D) et

Spectrométrie de masse de rapport isotopique GC/C/IRMS (EC31)

Conclusions: (pH = 5.2)

d = 1.025 + -0.002

T/E estimé à 11.0 (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.7 ng/mL (Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Epitestostérone estimée après correction par la densité à 4.2 ng/mL (Variation maximale admissible = 30 %)

Rapport supérieur au seuil de 4

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2

^{*} Hors portée de l'accréditation COFRAC.



RAPPORT DE CONTRE ANALYSE (SUITE)

Conclusions (Suite):

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 6.4 ‰ et 3.5 ‰, respectivement pour les métabolites 5α-Androstanediol et Androstérone.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA:

• Appauvrissement isotopique > à 3 % (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8%)

- Union Cycliste Internationale - C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique- 75700 PARIS)

Pour information:

- J. SOUBLIERE: WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)

- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète - 33700 MERIGNAC)

* Hors portée de l'accréditation COFRAC Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s). 2/2 /36

MINIE SE

B-sample analysis 995474

Fifth of August 2006

Chatenay-Malabry

Statement no. 1

As an expert Dr. Douwe do 3 and August 5, 2006, the anti-doping laboratory in Company 100 and 200 a

As an expert Dr. Douwe de Boer has been witnessing in the period between August 3 and August 5, 2006, the B-sample analysis in the LNDD, the WADA- accredited anti-doping laboratory in Chatenay-Malabry.

Statement no. 2

The impression of the expert regarding the analytical performance of the B-sample analysis was that the LNDD worked in a transparent and professionnal way and according to transparent and professional procedures.

Statement no. 3

In respect to the semi-quantitation of the ratio between testosterone and epitestosterone (T/E ratio) as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone it must be stated the following:

- A ratio was established between two peaks in the chromatogram.
- B) The identity of the compound(s) belonging to the peaks has not been established according to the minimal WADA requirements.

Therefore, any official conclusion regarding to the T/E ratio as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone is and will be premature. As such any official conclusion in relation to the above mentioned parameters of the respective sample is non-conclusive.

Statement no. 4

In respect to the GC/C/IRMS analysis it must be stated the following:

- A) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the uncertainty of the GC/C/IRMS analysis, which was reported to be 0.8‰.
- B) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the historical data of blank urine pool no. 4.

Therefore, it was for the expert not possible to give an adequate evaluation of GC/C/IRMS analysis of the respective sample. The above mentioned issues have been implemented into a list of requests addressed to Prof. de Ceaurriz.

Dr Douwe de Boer



List of the requests from Dr. Douwe de Boer Counter-analysis on "B" 995474

> The GC/C/IRMS has been accreditated by the WADA and the French National Accreditation body.

Would it be possible to see the documentation regarding this accreditation? If so, I would appreciate to see the documentation regarding the accreditation.

> In principal a WADA accreditated laboratory is participating in proficiency programs.

Would it be possible to see data of the Châtenay-Malabry laboratory? If so, I would appreciate to see the data regarding the GC/C/IRMS analysis.

> The certificate of the analysis of the A-sample mentions an "uncertainty" of 0,8% for the GC/C/IRMS result.

Would it be possible to see documentation and data of how this value of "uncertainty" was established?

If so, I would appreciate to see documents and data regarding the establishment of the value of 0,8%.

> Historical data regarding the blank urine pool no.4, which has been used in the GC/C/IRMS procedure.

Would it be possible to see documentation and data regarding the history of blank urine pool no.4.

If so, I would appreciate to see the repeatability (intra-day variation) and the reproducibility (inter-day variation), meaning the average value, the standard deviation and the number of observations made.

Dr. Douwe de Boer

Expert

Pr. De Ceaurriz

139